

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-303711  
(43)Date of publication of application : 24.10.2003

(51)Int.CI.

H01F 1/24  
B22F 1/02

(21)Application number : 2002-065515  
(22)Date of filing : 11.03.2002

(71)Applicant : JFE STEEL KK  
(72)Inventor : UEDA MASATERU  
NAKAMURA NAOMICHI

(30)Priority

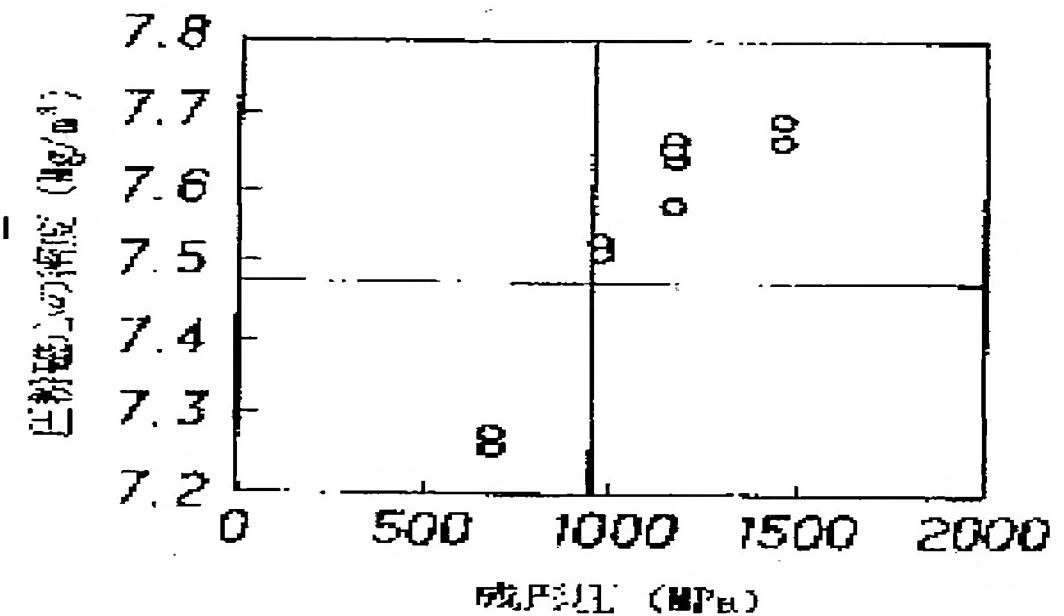
Priority number : 2001090884	Priority date : 27.03.2001	Priority country : JP
2001172529	07.06.2001	JP
2001364658	29.11.2001	JP
2002030142	06.02.2002	JP

## (54) IRON BASE POWDER AND DUST CORE USING THE SAME, AND METHOD OF MANUFACTURING IRON BASE POWDER

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide iron base powder having a heat-resistant insulating film and a dust core.

**SOLUTION:** A coating material containing a silicon resin and pigment is added to powder as a raw material having iron as a main component, and the material and powder are stirred and mixed. After that, drying treatment is performed to form a film containing the silicon resin and pigment on the surface of the iron base powder. The ratio of the silicon resin content to the pigment content in the film is preferably 0.01 or higher and under 4.0 for mass ratio. The pigment preferably has more than one or two kinds among metal oxide, metal nitride, metal carbide, mineral and glass. The coating material may be sprayed onto the iron base powder in a flowing state. As the underlayer of the film, the film containing more than one or two kinds among a Si compound, Ti compound, Zr compound, P compound and Cr compound may be formed.



(51) Int. Cl.  
H01F 1/24  
B22F 1/02

識別記号

F I  
H01F 1/24  
B22F 1/02テーマコード (参考)  
4K018  
C 5E041  
E

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全34頁)

(21)出願番号	特願2002-65515 (P 2002-65515)
(22)出願日	平成14年3月11日 (2002.3.11)
(31)優先権主張番号	特願2001-90884 (P 2001-90884)
(32)優先日	平成13年3月27日 (2001.3.27)
(33)優先権主張国	日本 (JP)
(31)優先権主張番号	特願2001-172529 (P 2001-172529)
(32)優先日	平成13年6月7日 (2001.6.7)
(33)優先権主張国	日本 (JP)
(31)優先権主張番号	特願2001-364658 (P 2001-364658)
(32)優先日	平成13年11月29日 (2001.11.29)
(33)優先権主張国	日本 (JP)

(71)出願人 000001258  
J F E スチール株式会社  
東京都千代田区内幸町二丁目2番3号  
(72)発明者 植田 正輝  
千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製  
鉄株式会社技術研究所内  
(72)発明者 中村 尚道  
千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製  
鉄株式会社技術研究所内  
(74)代理人 100099531  
弁理士 小林 英一

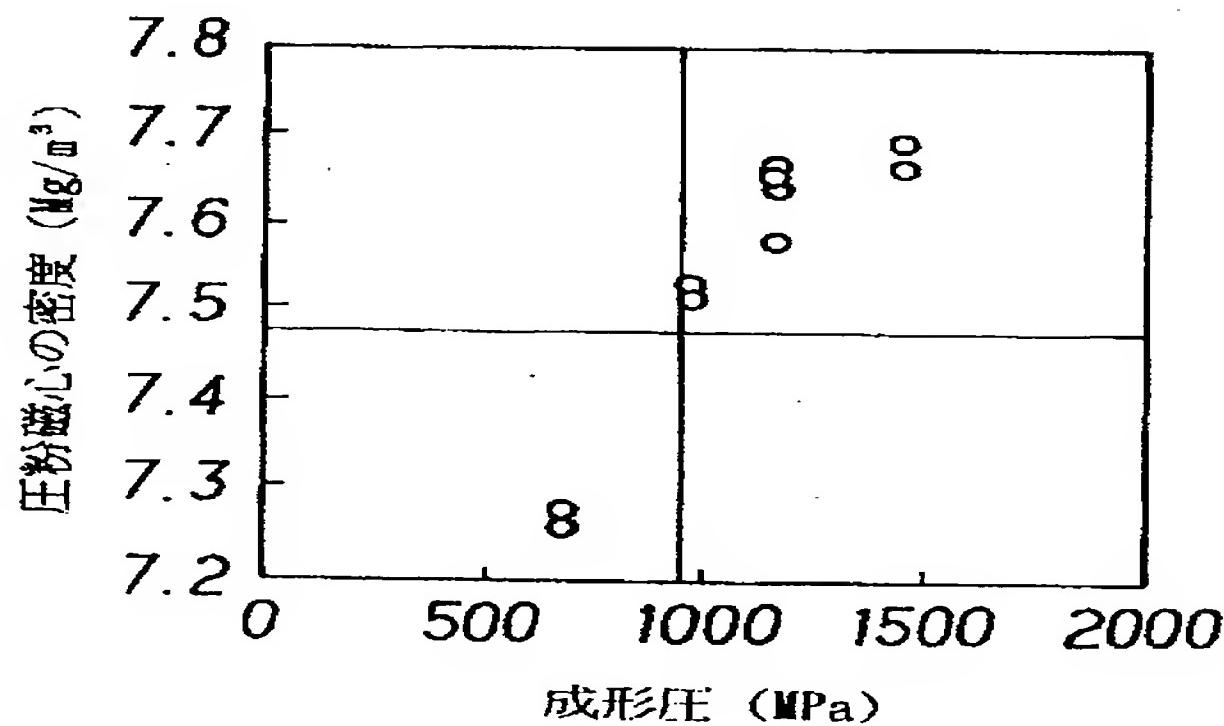
最終頁に続く

(54)【発明の名称】鉄基粉末およびこれを用いた圧粉磁心ならびに鉄基粉末の製造方法

## (57)【要約】

【課題】耐熱性絶縁被覆を有する鉄基粉末および圧粉磁心を提案する。

【解決手段】鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン樹脂および顔料を含有する塗料を添加し、攪拌、混合した後、乾燥処理を施し、鉄基粉末の表面にシリコーン樹脂および顔料を含有する被膜を形成する。該被膜中のシリコーン樹脂含有量と顔料含有量との比は、質量比で0.01以上4.0未満であることが好ましい。顔料は、金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物、鉱物、ガラスのうち1種または2種以上であることが好ましい。前記塗料は、流動状態の鉄基粉末に噴霧してもよい。前記被膜の下層として、Si化合物、Ti化合物、Zr化合物、P化合物、Cr化合物のうち1種または2種以上を含む被膜を形成してもよい。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 鉄を主成分とする粉末の表面が、シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜で被覆されてなる鉄基粉末。

【請求項 2】 前記シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜の下層として、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた 1 種または 2 種以上の物質を含む被膜を有することを特徴とする請求項 1 に記載の鉄基粉末。

【請求項 3】 前記顔料が、金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物、鉱物およびガラスのうちから選ばれた 1 種または 2 種以上であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の鉄基粉末。

【請求項 4】 請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の鉄基粉末を、所定の形状に成形してなる圧粉磁心。

【請求項 5】 請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の鉄基粉末を、所定の形状に成形した後、焼鈍してなる圧粉磁心。

【請求項 6】 前記圧粉磁心の密度が、真密度の 95% 以上であることを特徴とする請求項 4 または 5 に記載の圧粉磁心。

【請求項 7】 流動状態の鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン樹脂および顔料を含有する塗料を噴霧して、前記原料粉末の表面に絶縁被膜を形成することを特徴とする鉄基粉末の製造方法。

【請求項 8】 鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン樹脂および顔料を含有する塗料を添加し、攪拌、混合した後、乾燥処理を施し、前記原料粉末の表面に絶縁被膜を形成することを特徴とする鉄基粉末の製造方法。

【請求項 9】 前記鉄を主成分とする原料粉末が、予め表面に、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた 1 種または 2 種以上の物質を含む被膜を形成してなることを特徴とする請求項 7 または 8 に記載の鉄基粉末の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、鉄基粉末および該鉄基粉末を用いた圧粉磁心に係り、特に電源回路等でチョークコイルやノイズフィルタとして用いられる、圧粉磁心およびその原料となる鉄基粉末に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 近年の家電・電子機器においては、機器の小型化と電力変換効率の高効率化とが強く求められている。そのため電源回路には、スイッチング電源が広く採用されるようになり、その流れを受けて、スイッチング電源には、さらなる高効率化、小型化に加え、さらに大電力出力が可能であることが求められている。

【0003】 ところで、スイッチング電源の高効率化、小型化、大出力化を実現するためには、スイッチング周

波数の上昇と出力電流の増大、いわゆる大電流化が極めて有効であり、特に近年そのような傾向が顕著である。特に高周波化の進展は著しく、現在では 10kHz ~ 100kHz で動作するスイッチング電源が主流を占めるまでに至っている。

【0004】 このように、スイッチング周波数の高周波化、大電流化が進むにしたがって、スイッチング電源で使用されるリアクトル、チョークコイル、ノイズフィルターなどの磁性材料を用いた部品にも、10kHz 以上の中周波域で、さらに大電流がかかるような条件でも性能を発揮することが求められるようになってきた。この際求められる性能としては、具体的には磁性材料による損失、すなわち鉄損が低いことと、大電流が流れても磁気飽和が起きないように高い飽和磁束密度を持つことが挙げられる。

【0005】 従来、スイッチング電源のリアクトル、チョークコイルやノイズフィルタには、電磁鋼板鉄心、ソフトフェライトコア、圧粉磁心などが利用されている。電磁鋼板鉄心は、飽和磁束密度が高く、比較的安価であるという特徴を有するが、動作周波数が高くなるにしたがって鋼板内部での渦電流が急激に増大し、それに伴つて鉄心の発熱や、磁心損失いわゆる鉄損が、急激に増大するという問題があった。一方、ソフトフェライトコアは、鉄損は小さいが、飽和磁束密度が低いという問題があった。

【0006】 一方、圧粉磁心は、金属粉末に適宜樹脂などのバインダーを添加した混合粉末を、加圧成形することにより製造される磁心である。加圧成形後、添加した樹脂の硬化などを目的に、加熱などによる硬化処理、いわゆるキュアが行われる場合がある。金属粉末としては、鉄粉や、Fe-Si 粉、センダスト粉、パーマロイ粉末などの鉄基混合粉末、あるいは鉄系非晶質合金粉末などが用いられる。

【0007】 圧粉磁心は、金属粉末を原料とし、さらにバインダーとして絶縁性に優れる樹脂を使うため、高周波域での鉄損は電磁鋼板を使った鉄心より小さくなるという特徴がある。また、原料が金属粉末なので、飽和磁束密度はソフトフェライトコアよりも高くなるという特徴がある。このため、近年、圧粉磁心が電磁鋼板やソフトフェライトに代わる鉄心材料として強い注目を集めている。しかし、たとえば、スイッチング周波数域である 10kHz ~ 100kHz の領域では、圧粉磁心の鉄損は依然として大きいという問題がある。したがって、圧粉磁心を電磁鋼板やソフトフェライトに代わる新たな鉄心材料とするためには、圧粉磁心の鉄損の低減が必須となる。

【0008】 圧粉磁心の鉄損は、大きくヒステリシス損失と渦電流損失に分離される。従来、渦電流損失の低減を図るために種々の検討が行われてきた。例えば、特開昭58-147106号公報には、金属粉末の粒径を制御する方法が、特開昭62-71202 号公報、特開昭62-29108 号公

報、特開平2-153003号公報等には、金属粉末と樹脂などの絶縁性物質を混合する方法が開示されている。

【0009】一方、ヒステリシス損失の低減を図るために種々の検討が行われてきた。ヒステリシス損失の低減には、圧粉成形体の歪取り焼鈍が有効であることが指摘されており（堀江ら：日本応用磁気学会誌、vol. 22, No. 2, 45-51 (1998) など）、特に650℃以上での焼鈍が有効であることが知られている。しかし、ヒステリシス損失の低減を図るために焼鈍を行うと、絶縁物質である樹脂が分解して、絶縁性が著しく悪化してしまうという問題があり、渦電流損失の低減とヒステリシス損失の低減を両立させることは非常に困難であるといわれてきた。

【0010】このような渦電流損失の低減とヒステリシス損失の低減の両立を目的として、耐熱性に優れた絶縁性物質と金属粉末を混合する方法がいくつか提案されている。例えば、特開平6-260319号公報には、軟磁性粉末と、P、Mg、B、Feを必須元素とするガラス状絶縁剤とを混合するとともに乾燥させて水分を除去し、ついで固化成形し、焼鈍する高周波用圧粉磁心の製造方法が記載されている。特開平6-260319号公報に記載された技術で製造された圧粉磁心は、400～600℃までの温度で焼鈍して歪みを解放するとされる。しかし、この技術により作製された絶縁処理粉末は、588MPa(6000kgf/cm<sup>2</sup>)以上の圧力で加圧成形すると絶縁被覆が破壊されてしまうため、成形圧力を高くして圧粉体密度を向上させ、飽和磁束密度を上昇させることができないという問題があった。

【0011】また、特開昭61-222207号公報には、シリカゾルまたはアルミナゾルと金属磁性粉を接触させたのち、乾燥して純金属磁性粉表面に電気絶縁性付着層を形成し、圧縮成形して鉄心とする鉄心の製造方法が記載されている。特開昭61-222207号公報に記載された技術では、必要に応じてシリカゾルまたはアルミナゾルに、酸化マグネシウム、酸化クロム、酸化チタン、酸化アルミニウムのうちから選ばれる1種以上の粉末を添加したうえで、金属磁性粉と接触させてもよいとされる。また、特開昭61-222207号公報に記載された技術では、これら鉄心に500℃以下の温度での焼鈍を施してもよいとされる。

【0012】しかし、この方法で得られた成形体は強度が著しく低く、成形体を焼鈍した圧粉磁心も強度が低く、焼鈍体への巻き線ができないという問題もあった。また、熱分解するとSiの酸化物であるシリカを生成するポリシラザン化合物と鉄基粉末を混合して圧粉磁心を製造する方法がいくつか提案されている。例えば、特開平9-78206号公報には、Feの微細粉末にシリコーンオイルを混合し、プレスした後、熱処理を行い、Siの酸化物を成形体中に分散させて、その後焼結する磁性材料の製造方法が記載されている。また、特開平10-144512号公

10

20

30

40

50

報には、Fe、Si、Al系合金からなる金属粉末に、バインダーとしてベルヒドロポリシラザンを使用して、圧縮成形した後熱処理する圧粉磁心の製造方法が記載されている。しかし、これらの技術でも、依然として焼鈍後の絶縁性は著しく低いという問題があった。

【0013】また、特開平2-97603号公報には、扁平状の鉄粉と、ケイ素を含有する粉末と、ケイ素に不活性な無機化合物粉末とを混合し、ついで熱処理して鉄粉中にケイ素を拡散させて製造されたケイ素鉄合金粉末に、水ガラス等を被覆して絶縁層を形成したのち、圧粉し、ついで熱処理する圧粉コアの製造方法が開示されている。しかし、特開平2-97603号公報に記載された技術で絶縁層の原料として使用する水ガラスは、アルカリ金属元素であるNaのイオンを含むため、熱処理後Na<sup>+</sup>イオンによる電気伝導が起きて、絶縁性が低下するという問題があった。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような従来技術の問題に鑑みてなされたものであり、ヒステリシス損失を下げるための焼鈍に際し絶縁が破壊されない、耐熱性絶縁被覆を有する圧粉磁心用に適する鉄基粉末および圧粉磁心ならびに該鉄基粉末の製造方法を提案することを目的とする。

【0015】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記した課題を達成するため、ヒステリシス損失低減を目的とした焼鈍を経ても絶縁が保持され、渦電流損失の増大が起きないように、絶縁被膜の耐熱性向上について鋭意検討した。その結果、鉄を主成分とする原料粉末にシリコーン樹脂と顔料とを組み合わせて添加した場合に初めて、粉末表面に優れた耐熱性絶縁被覆が形成されることを見出した。さらに、顔料として金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物、鉱物、ガラスなどの材料を用いると、焼鈍後も著しく絶縁性に優れ、しかも成形体強度、焼鈍体強度にも優れる、耐熱性絶縁被覆を有する鉄基粉末が得られることを見出した。また、本発明者らは、鉄を主成分とする原料粉末を、予め表面に、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニア化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を形成してなる粉末とし、該被膜上に上記した耐熱性絶縁被覆を形成することにより、さらに焼鈍後の絶縁性に優れた鉄基粉末が得られることを見いだした。

【0016】本発明は、上記した知見に基づき、さらに検討を加えて完成したものである。すなわち、本発明は、鉄を主成分とする粉末の表面が、シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜で被覆されてなる鉄基粉末であり、また、本発明では、前記シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜の下層として、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニア化合物、リン化合物およびクロム

化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を有することが好ましく、また、本発明では、前記シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜中のシリコーン樹脂含有量と顔料含有量との比が、質量比で、0.01以上、4.0未満であることが好ましく、また、本発明では、前記顔料が、金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物、鉱物およびガラスのうちから選ばれた1種または2種以上であることが好ましく、また、本発明では、前記シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜中のシリコーン樹脂と顔料の付着量が合計で、鉄基粉末全量に対し、0.01～25質量%であることが好ましい。

【0017】また、本発明は、上記した鉄基粉末のいずれかを、所定の形状に成形し、あるいはさらに焼鈍してなる圧粉磁心である。この圧粉磁心の密度は、真密度の95%以上であることが好ましく、さらに、真密度の98%以上であることがより好ましい。また、本発明は、流動状態の鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン樹脂および顔料を含む塗料を噴霧して、前記原料粉末の表面に絶縁被膜を形成することを特徴とする鉄基粉末の製造方法であり、また、本発明では、前記鉄を主成分とする原料粉末が、予め表面に、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を形成してなることが好ましく、また、本発明では、前記シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜中のシリコーン樹脂と顔料の付着量が合計で、鉄基粉末全量に対し、0.01～25質量%であり、前記塗料のシリコーン樹脂含有量と顔料の含有量の比が、質量比で、0.01以上、4.0未満であることが好ましい。

【0018】また、本発明は、鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン樹脂および顔料を含有する塗料を添加し、攪拌、混合した後、乾燥処理を施し、前記原料粉末の表面に絶縁被膜を形成することを特徴とする鉄基粉末の製造方法であり、また、本発明では、前記鉄を主成分とする原料粉末が、予め表面に、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を形成してなることが好ましく、また、本発明では、前記シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜中のシリコーン樹脂と顔料の付着量が合計で、鉄基粉末全量に対し、0.01～25質量%であり、前記塗料中のシリコーン樹脂含有量と顔料含有量の比が、質量比で、0.01以上、4.0未満であることが好ましい。

#### 【0019】

【発明の実施の形態】本発明の鉄基粉末は、鉄を主成分とする粉末の表面が、シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜で被覆されてなる、耐熱性に優れた絶縁被膜を有する粉末である。まず、本発明の鉄基粉末の好ましい製造方法について、説明する。

#### 【0020】鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン

10

20

30

40

50

樹脂と顔料とを含有する塗料を添加し攪拌・混合するか、あるいは流動状態の鉄を主成分とする原料粉末に上記したシリコーン樹脂と顔料とを含有する塗料を噴霧したのち、溶剤を除去する乾燥処理を施すことが好ましい。これにより、鉄を主成分とする原料粉末表面にシリコーン樹脂と顔料を含有する被膜が形成される。

【0021】なお、鉄を主成分とする原料粉末にシリコーン樹脂と顔料とを含有する塗料を添加し攪拌混合する際には、両者を一度に混合しても、また鉄を主成分とする原料粉末と、塗料の一部を混合し、混合中に残りの塗料を添加してもよい。また、まず一部の塗料を混合した後、乾燥させて、さらにその後に同じ塗料あるいは組成を変化させた塗料を混合してもよい。また、複数回この作業を繰り返して目的の粉末を得ることもできる。

【0022】混合には、アトライタ、ヘンシェルミキサー、ボールミル、流動造粒機、転動流動造粒機などを利用することができる。なかでも、流動造粒機や転動流動造粒機は、流動槽による攪拌を行うため、粉体同士の凝集が抑制され、均一な粒径の混合粉末とすることができる。また、鉄を主成分とする原料粉末に、塗料を、スプレーノズルにより噴霧することにより添加してもよい。塗料を噴霧することにより、シリコーン樹脂と顔料が均一に添加され、鉄を主成分とする原料粉末表面に形成されるシリコーン樹脂と顔料とを含有する被膜も均一になる。なお、流動状態の鉄を主成分とする原料粉末に、塗料をスプレーなどで噴霧すると、噴霧による効果と、流動槽を利用した効果が相乗され、一層均一な被膜が鉄を主成分とする原料粉末表面に形成される。塗料の噴霧に際しては、溶媒の乾燥具合を適切にし、さらに粒子の凝集を防ぐ観点から、噴霧量を調整することが好ましい。

【0023】なお、溶媒の乾燥促進や、シリコーン樹脂の硬化などを目的として、混合中あるいは混合後に加熱処理を行っても良い。本発明で使用する、鉄を主成分とする原料粉末に混合する塗料は、溶剤にシリコーン樹脂と顔料とを分散させた塗料である。なお、本発明でいうシリコーン樹脂は、分子内に1官能性(M単位)、2官能性(D単位)、3官能性(T単位)、あるいは4官能性(Q単位)のシロキサン単位を含有するポリオルガノシロキサンをさすものとする。

【0024】シリコーン樹脂は、シリコーンオイルやシリコーンゴムなどに比べ架橋密度が高く、硬化したものは硬いという特徴がある。シリコーン樹脂には、成分がシリコーンのみから構成されるストレートシリコーン樹脂と、シリコーン成分と有機樹脂の共重合体であるシリコーン变成有機樹脂に大別されるが、本発明において使用するシリコーン樹脂は、そのいずれでも問題はない。

【0025】また、ストレートシリコーン樹脂は、MQレジンとDTレジンに大別されるが、本発明においては、そのいずれを用いても構わない。また、シリコーン变成有機樹脂としては、アルキッド变成型、エポキシ変

成型、ポリエスチル変成型、アクリル変成型、フェノール変成型などが挙げられるが、本発明においては、そのいずれを用いても構わない。

【0026】また、シリコーン樹脂には、加熱して硬化するタイプ（加熱硬化型）のものと、室温においても硬化が進行するタイプ（室温硬化型）のものがあるが、本発明においては、その何れを用いても構わない。加熱硬化型シリコーン樹脂の硬化機構としては、大きく分けて、脱水縮合反応、付加反応、過酸化物反応等によるものがあり、一方、室温硬化型シリコーン樹脂の硬化機構としては、脱オキシム反応、脱アルコール反応によるものがある。

【0027】本発明において好適に用いられているシリコーン樹脂は、上記した何れかの硬化反応によって硬化するものであれば、いずれの樹脂を使用しても問題ない。なお、本発明で好適に用いられるシリコーン樹脂としては、例えば、東レダウコーニングシリコーン社製の、SH 805, SH 806A, SH 840, SH 997, SR 620, SR 2306, SR 2309, SR 2310, SR 2316, DC12577, SR2400, SR2402, SR2404, SR2405, SR2406, SR2410, SR2411, SR2416, SR2420, SR2107, SR2115, SR2145, SH6018, DC-2230, DC3037, QP8-5314や、信越化学工業（株）製の、KR251, KR255, KR114A, KR112, KR2706, KR165, KR166, KR169, KR2038, KR221, KR155, KR240, KR101-10, KR120, KR105, KR271, KR282, KR311, KR211, KR212, KR216, KR213, KR217, KR9218, SA-4, KR206, ES1001N, ES1002T, ES1004, KR9706, KR5203, KR5221などの銘柄が例示できる。もちろん、本発明では上記した以外の銘柄のシリコーン樹脂を使用してもなんら問題ない。

【0028】また、溶媒に分散してコロイド状となるような微粒子状のシリコーン樹脂を用いても構わない。また、これらの物質、あるいはこれらの原料物質を変成したシリコーン樹脂を使用しても構わない。さらに、種類、分子量、官能基が異なる2種類以上のシリコーン樹脂を、適当な割合で混合したシリコーン樹脂を使用しても構わない。

【0029】また、シリコーン樹脂とともに用いられる顔料は、高い絶縁性と耐熱性を持つものであれば特に限定されないが、金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物、鉱物およびガラスのうちから選ばれた1種または2種以上であることが好ましい。好ましい金属酸化物としては、Li, Si, Al, Ti, Th, Zn, Zr, Be, Cu, Mg, K, Ca, Sn, Sb, Mn, Cr, Fe, Ni, Coなどの酸化物の粉末が例示され、絶縁性やコストを考慮して、これらの物質から選択して添加することができる。また、これらの中から選ばれた2種以上の金属を合金化したものを酸化して得られる、酸化物粉末を用いてもよい。また、コロイド状の酸化物を用いても構わない。

【0030】また、好ましい金属炭化物としては、SiCが例示される。また、好ましい金属窒化物としては、Al

N, Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, TiN, BN等が例示される。また、好ましい鉱物としては、ムライト、フォルステライト、珪酸マグネシウム、ベントナイト、カオリナイト、スマクタイト、タルク、天然雲母、人造雲母などが例示される。

【0031】また、好ましいガラスとしては、石英ガラス、リン酸系ガラス、アルミナシリカガラス、ホウ酸一リン酸を含むガラス、ホウロウ用ガラス等が挙げられる。なお、選定にあたっては絶縁性を悪化させないものを、選ぶことが好ましい。なお、上記した物質のうち、

10 顔料として用いてとくに好ましいものは、珪酸マグネシウム、ベントナイト、天然雲母、人造雲母、チタニア、アルミナ、酸化銅、酸化鉄および酸化クロムであり、本発明で用いる顔料は、これらの物質のうちから選ばれる1種または2種以上を選択して含有することがより好ましい。

【0032】珪酸マグネシウムとしては、タルク、フォルステライトなどが挙げられる。また、ベントナイトとしては、Na—モンモリロナイト、Ca·Mg—モンモリロナイト、またモンモリロナイトやヘクタライトに有機物を複合化して得られる有機ベントナイトなどが挙げられる。チタニアとしては、アナターゼ型チタニア、ルチル型チタニアが挙げられる。アルミナとしては、コランダム型アルミナが挙げられる。

【0033】本発明で使用する顔料は、上記した物質を原料とした粉末とすることが好ましい。粉末の顔料を得る方法としては、粒径が大きい原料物質を粉碎する粉碎法、化学反応などをを利用して原料物質から直接粉末を生成する方法であるゾルゲル法やアトマイズ法や気相反応により粉末化する方法等が考えられるが、これらの何れの方法を用いても良い。また、これら以外の方法で得た粉末を利用しても構わない。

【0034】本発明で用いて好適な粉末の顔料は、D<sub>50</sub>として規定される平均粒径が40 μm以下の粉末とすることが好ましい。粒径が、これ以上大きくなると、得られる被膜表面の凸凹が大きくなり、十分な耐熱性が得られなくなる。本発明では、上記したシリコーン樹脂と顔料とを、溶剤に添加し混合して塗料とする。なお、塗料中の、シリコーン樹脂と顔料との配合比は、鉄基粉末表面に形成される被膜中のシリコーン樹脂含有量と顔料含有量の比、R = (シリコーン樹脂含有量(質量%)) / (顔料含有量(質量%)) が、質量比で、0.01以上 4.0未満の範囲となるように、調整することが好ましい。

【0035】溶剤は、シリコーン樹脂が溶解あるいは分散するものであればよく、特に限定されるものではないが、例えば、エタノールやメタノールに代表されるアルコール系溶剤、アセトンやメチルエチルケトンに代表されるケトン系溶剤、ベンゼン、トルエン、キシレン、フエノール、安息香酸などに代表される芳香族系溶剤、リグロイン、ケロシンなどの石油系溶剤とすることが好ましい。なかでも、シリコーン樹脂を溶解しやすい芳香族

系溶剤が、特に好ましい。また、シリコーン樹脂が可溶あるいは分散可能なら、水を用いても構わない。なお、本発明で用いる塗料の濃度は、施工のし易さや乾燥時間などを勘案して決めれば良い。

【0036】なお、本発明で好適に用いられる塗料には、塗料の粘度、チキソトロピー性、レベリング性、また、塗料中の顔料の分散性、塗装面を指で触っても塗料が指に付かなくなるまでに要する時間（タックタイム）、塗膜の強度や色相などを制御するために、添加剤を加えてもよい。塗料への添加剤は、シリコーン樹脂の硬化を制御するステアリン酸金属塩などの金属石鹼、パーフルオロアルキルなどの界面活性剤などが好ましい。

【0037】上記したようにシリコーン樹脂と顔料を含む塗料は、顔料が重力によって沈降して、容器等の底部に沈殿することがある。顔料が沈殿すると、塗料中において部分的に顔料とシリコーン樹脂の質量比が好ましい範囲を逸脱してしまう。このため、塗料には顔料の沈降を防止するために沈降防止剤を添加することが好ましい。

【0038】このような沈降防止剤としては、デンプンやポリビニルアルコールなどの高分子、あるいはポリブロビレンなどの樹脂あるいはシリカ、アルミナなどの酸化物から構成される微小な粉末、あるいはホウ化窒素・黒鉛、二硫化モリブデン、マイカ、タルク、フェライト（酸化鉄）、バーミキュライト、カオリンなどに代表される板状または層状の構造をもった微細な粒子などが挙げられる。

【0039】この中でもシリカ、アルミナ、ホウ化窒素、マイカ、タルク、フェライト、バーミキュライト、カオリンなどのセラミックスや粘土鉱物は、沈降防止だけでなく耐熱性および絶縁性にも優れるので、本発明で用いる塗料の顔料としての役割も同時に担わせることが可能であるので好ましい。その中でもマイカ、タルクは板状の構造をもつために沈降防止効果が高いので好ましい。沈降防止効果を得るために必要な沈降防止剤の添加量は物質によって種々であるが、例えばマイカ、タルクなどの場合では顔料全体に占める割合を好ましくは質量比で10質量%以上 100質量%以下、さらに好ましくは30質量%以上100質量%以下とする。

【0040】なお、顔料の添加された塗料を使用する際は、沈降を一層少なくするために、塗料をホモジナイザーなどで十分に攪拌してから、あるいは攪拌しながら使用することが好ましい。本発明では、上記したシリコーン樹脂と顔料を溶剤に混合した塗料を鉄を主成分とする原料粉末に直接滴下あるいは、スプレー等を用いて噴霧することで、鉄を主成分とする原料粉末と混合させ、ついで乾燥処理を施し、鉄を主成分とする原料粉末表面にシリコーン樹脂と顔料とを含む被膜を形成させる。

【0041】鉄を主成分とする原料粉末に対する塗料の混合量、あるいは塗料の噴霧量は、鉄を主成分とする原

料粉末表面に付着、形成される被膜の付着量が、被膜を含む鉄基粉末全量に対する質量%で、0.01～25%となるように調整することが好ましい。被膜の付着量が0.01質量%未満では、焼鈍後の絶縁性が不十分となる。一方、25質量%を超えると、圧粉成形した場合に成形体中の鉄基粉末の割合が著しく低下し、磁束密度や透磁率などの磁気特性が低くなり易く、さらに成形体強度も著しく低下し易い。

【0042】また、本発明における、乾燥処理は、室温で8時間以上放置するか、50～300°Cで0.1～24時間加熱する処理とすることが好ましい。上記した条件を外れると、溶剤の乾燥が不十分となり粉末がベタつき、粉末の取扱いが著しく困難になり、さらに被膜の強度が、被膜中に残存する溶剤によって低下してしまい所望の耐熱性が得られなくなる。

【0043】また、本発明においては、鉄を主成分とする原料粉末の表面に形成される被膜は、被膜中のシリコーン樹脂含有量と顔料含有量の比R

$$R = (\text{シリコーン樹脂含有量 (質量\%)}) / (\text{顔料含有量 (質量\%)})$$

が、質量比で、0.01以上 4.0未満の範囲となるように、シリコーン樹脂と顔料を含有することが好ましい。とくに、0.01以上 2.0未満とすることが好ましく、さらには0.01以上1.5 未満とすることが好ましい。下限値は 0.2 以上が好ましく、0.25超えが最も好ましい。

【0044】シリコーン樹脂が少なすぎる、すなわち、R値が0.01未満となると、顔料を鉄粉に被着させるバインダの性能が低下するため被膜がはがれやすくなり、鉄基粉末ハンドリング時の被膜剥離や、加圧成形時の圧力による被膜剥離が生じやすくなる。その結果、この鉄基粉末から得られる圧粉体は低い絶縁性を示すので、好ましくない。

【0045】一方、シリコーン樹脂の含有量が高すぎる、すなわちR値が4.0以上では、被膜は顔料に比べると脆いシリコーン樹脂が大きな体積分率を占めるため、加圧成形する際に加えられる力によって被膜が容易に破壊されるようになる。その結果、鉄を主成分とする原料粉末同士が直接接触することになり絶縁性の低下を招く。また、シリコーン樹脂を焼鈍温度まで加熱すると、分解してシリカに変化することになるが、この際大きな体積減少が起きる。R値が4.0以上となりシリコーン樹脂の体積分率が大きくなつた被膜は、焼鈍時の体積減少が著しく大きくなるため被膜の破壊や欠落が起きやすくなる。この結果、R値が4.0以上になると、焼鈍前だけでなく、焼鈍後の絶縁性も著しく低下させてしまうので好ましくない。

【0046】したがって本発明ではRが4.0未満であることが好ましく、とくに2.0未満、さらには1.5未満であることがより一層好ましい。

被膜中のR = (シリコーン樹脂含有量 (質量\%)) /

(顔料含有量 (質量%))

) を0.01以上 4.0未満の範囲に調整するには、鉄を主成分とする原料粉末に混合または噴霧する塗料中の、シリコーン樹脂と顔料との配合比を調整することにより行なうのが好ましい。

【0047】鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン樹脂と顔料を含有する塗料を混合し、あるいは噴霧した後、乾燥して、溶媒を除去することにより、表面にシリコーン樹脂と顔料とからなる被膜を形成した鉄基粉末を得ることができる。なお、このようにして得た鉄基粉末に、異なるR値あるいは顔料組成、またはそのいずれもが異なる塗料の被膜を、重ねて形成して鉄基粉末としてもよい。さらに複数回重ねたものを鉄基粉末としてもよい。

【0048】また、本発明では、鉄を主成分とする原料粉末として、予め表面に、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を形成した粉末を使用することが好ましい。予め表面に、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を形成された原料粉末に、上記したシリコーン樹脂と顔料を含有する塗料を混合し、あるいは噴霧した後、乾燥して、溶媒を除去する方法により、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を下層とし、シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜を上層とする複層被膜を被成された鉄基粉末とすることができる。

【0049】下層被膜として、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を有することにより、鉄基粉末の焼鈍後の絶縁性が、シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜のみの場合よりもさらに向上する。つぎに、鉄を主成分とする原料粉末(以下、原料粉末ともいう)の表面に、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を形成する方法について説明する。

【0050】原料粉末の表面に、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を形成する方法としては、上記した物質を含む材料を原料粉末に添加・混合する方法、原料粉末を流動化させ、流動状態にある原料粉末に、上記した物質を含む材料あるいは上記した物質を含む材料を溶媒を用いて希釈した溶液を噴霧したのち乾燥処理を施す方法、上記した物質を含む材料を溶媒を用いて溶液とし、該溶液

中に原料粉末を所定時間浸漬したのち、乾燥処理する方法などが好適であるが、本発明ではこれらの方に限定されるものではない。

【0051】また、原料粉末の表面に、2種以上の化合物を含む被膜を形成する方法としては、予め2種以上の化合物を含む材料を混合したもの用いて添加し処理する方法、あるいは2種以上の化合物を別々に用意しそれらを同時に添加し処理する方法、あるいは化合物を含む材料を順番に添加し処理する方法などが考えられるが、本発明ではこれらの方法に限定されるものではない。なお、化合物を含む材料を順番に処理する方法では、材料ごとに異なる方法で処理してもよい。

【0052】また、これらのシリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以下の下層被膜を形成するための化合物は、シリコーン樹脂及び顔料を含有する塗料中に添加する、いわゆるインテグラルブレンドにより、原料粉末に添加してもよい。まず、下層被膜を形成するための処理を行い、その後に上層被膜を形成するための処理を行うと、より完全な下層被膜が得られ焼鈍後の絶縁性が高くなるので好ましい。

【0053】なお、これらの処理において、上記した物質(化合物)を含む材料の添加量、溶液の濃度、添加方法、混合方法等は、使用する材料や処理方法に応じ、適宜決定することができる。なお、好ましくは、被膜中に含まれるシリコン化合物量は、被膜を含む鉄基粉末全量に対し、0.01～4質量%とすることが好ましい。また、被膜中に含まれるチタン化合物量は、被膜を含む鉄基粉末全量に対し、0.01～4質量%とすることが好ましい。また、被膜中に含まれるジルコニウム化合物量は、被膜を含む鉄基粉末全量に対し、0.01～4質量%とすることが好ましい。また、被膜中に含まれるリン化合物量は、被膜を含む鉄基粉末全量に対し、0.01～4質量%とすることが好ましい。被膜中に含まれるクロム化合物は、被膜を含む鉄基粉末全量に対し、0.01～4質量%とすることが好ましい。

【0054】なお、原料粉末の表面にシリコン化合物を含む被膜を形成するには、シリコン化合物を含む物質として、アルコキシラン、アシロキシランなどのシラン化合物、オルガノハロシランおよびその誘導体などのシリル化剤、ケイ素過酸化物、シリケート化合物を用いることが好ましい。なお、本発明では、シラン化合物、シリル化剤、ケイ素過酸化物、シリケート化合物に限定されるものではない。

【0055】シラン化合物としては、例えば、メチルトリクロロシラン、メチルジクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、トリメチルクロロシラン、フェニルトリクロロシラン、ジフェニルジクロロシラン、トリフロロプロピルトリクロロシラン、ヘプタデカフロロデシルトリクロロシランなどのクロロシラン化合物、あるいはテト

ラメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジフェニルジメトキシシラン、テトラエトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラン、ヘキシルトリメトキシシラン、ヘキシルトリエトキシシラン、デシルトリメトキシシラン、デシルトリエトキシシラン、トリフルオロプロピルトリメトキシシラン、ヘプタデカトリフルオロデシルトリメトキシシランなどのアルコキシシラン化合物、あるいはビニルトリエトキシシラン、ビニルトリス(一メトキシエトキシシラン)、ビニルトリアセトキシシラン、 $\gamma$ -メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -アミノプロピルトリエトキシシラン、 $\gamma$ -アミノエチルアミノプロピルトリエトキシシラン、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -メルカプトプロピルトリメトキシシラン、 $\beta$ -(3,4-エポキシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -クロロプロピルトリメトキシシランなどのシランカップリング剤、あるいはヘキサメチルジシラザンなどのシラザンが挙げられる。

【0056】本発明では、上記したいずれの物質を用いてもなんら問題はない。また、上記した2種以上を混合して用いても構わない。また、上記以外のシラン化合物を用いてもよい。また、シラン化合物は、そのまま利用してもよく、また、溶剤で希釈して用いてもよい。ケイ素過酸化物としては、例えば、 $R_{4-n}Si(OOR')$ なる分子式で代表される物質、例えばビニルトリス(t-ブチルパーオキシ)シランが挙げられるが、これに限定されるものではない。なお、Rは有機基、nは1~4の整数である。

【0057】シリケート化合物としては、エチルシリケート、メチルシリケート、N-ブロピルシリケート、N-ブチルシリケートなどのアルキルシリケートが挙げられる。これらを加水分解するように調整したものを用いてもよい。また、被膜の物性を制御することを目的に、アルキルシリケートを2~10程度重合させたアルキルシリケートを用いても構わない。また、上記以外のシリケート化合物を用いてもよい。また、シリケート化合物は、そのまま利用してもよく、また溶剤で希釈して用いてもよい。

【0058】原料粉末の表面にチタン化合物を含む被膜を形成するには、チタン化合物を含む物質として、チタンカップリング剤を用いることが好ましい。なお、本発明では、チタンカップリング剤に限定されるものではない。チタンカップリング剤としては、例えば、テトライソプロピルチタネート、テトライソプロピルチタネートポリマー、テトラブチルチタネート、テトラブチルチタネートポリマー、テトラステアクリルチタネート、2-エチルヘキシルチタネートなどのチタンエステルや、イソプロポキシチタニウムステアレートなどのチタンアシ

レート、チタニウムアセチルアセトネートやチタニウムラクテートなどのチタンキレートなどが挙げられる。本発明では、上記したいずれの物質を用いてもなんら問題はない。また、上記した物質の2種以上を混合して用いても構わない。また、上記したチタンカップリング剤以外のカップリング剤を用いてもよい。なお、チタンカップリング剤をそのまま使用してもよく、また、溶剤で希釈して使用してもよい。

【0059】また、原料粉末の表面にジルコニウム化合物を含む被膜を形成するには、ジルコニウム化合物を含む物質として、ジルコニウムカップリング剤を用いることが好ましい。ジルコニウムカップリング剤としては、ジルコニウムアルコキシド等が挙げられるが、これに限定されるものではない。また、原料粉末の表面にクロム化合物を含む被膜を形成するには、クロム化合物を含む物質として、有機アニオンを結合したクロム錯塩を用いることが好ましいが、これに限定されるものではない。

【0060】また、原料粉末の表面にリン化合物を含む被膜を形成するには、リン化合物を含む物質として、リン酸を水、有機溶媒などの溶剤で希釈した溶液、あるいはリン酸塩を水、有機溶媒あるいはそれらを混合した溶媒に溶かした溶液、あるいはリン酸エステルおよびリン酸エステルの溶液等を用いることが好ましいが、これに限定されるものではない。なお、溶媒を用いて希釈したリン酸を用いれば、反応度合を制御しやすくなり、リン酸の添加量が少なくなり、リン酸化合物の過剰な生成を抑えることができる。

【0061】また、2種以上の化合物を組み合わせた絶縁物で被膜を形成しても良い。このような被膜に用いられる材質としては、たとえばリン酸塩やクロム酸塩、さらに必要に応じてオキシエチレンオキシプロピレンブロックポリマーなどの界面活性剤や硼酸などを添加した水溶液を塗布し、乾燥することによって得られるリン酸塩絶縁化合物が挙げられる。なお、好ましくは、被膜中に含まれる総化合物量が0.01~4質量%とすることが好ましい。なお、本発明では、リン酸塩化合物に限定されるものではない。

【0062】また、本発明に用いる鉄を主成分とする原料粉末は、強磁性を示しつつ高い飽和磁束密度を示す鉄を主成分とする粉末であればよく、特にその種類は限定する必要はないが、なかでも、鉄粉、Fe-3%Si合金粉に代表されるFe-Si合金粉、Fe-Al合金粉、Fe-Ni合金粉、センダスト粉、鉄基非晶質合金などを用いることが好ましい。本発明では、これら鉄を主成分とする粉末から選ばれた1種または2種以上の粉末を原料粉末として使用することが好ましい。また、これらの鉄を主成分とする原料粉末として、製造方法あるいは何らかの機械加工によって、扁平加工した扁平状鉄基粉末を用いても良い。

【0063】また、鉄を主成分とする粉末の中でも、ア

トマイズ鉄粉、電解鉄粉などに代表される純鉄粉は、飽和磁束密度や透磁率の磁気特性だけでなく、圧縮性も優れ、その上安価である。そのため、本発明における鉄を主成分とする原料粉末として好適である。純鉄粉としてはたとえば、川崎製鉄（株）のKIP-MG270H, KIP-304A, KIP-304ASなどがあげられる。

【0064】また、本発明で使用する鉄を主成分とする原料粉末の粒径は、特に限定されるものではないが、圧粉磁心の用途や要求特性によって、適宜決めることが望ましい。たとえば、分級により粒径の大きな粒子を取り出して使用した場合、圧縮性が改善され、さらに粒子間で発生する磁気的ギャップも大幅に低減される。その結果、高透磁率かつ高磁束密度で、かつ磁気的ギャップの低減によるヒステリシス損失が著しく低減した圧粉磁心を得ることができる。このような圧粉磁心とは、たとえば使用周波数が1kHz以下程度で、かつ高い磁束密度が要求されるような用途に好適である。なお、この場合、好ましい粒径は75μm以上、さらに好ましい粒径は100μm以上である。

【0065】また、鉄基粉末の粒径を小さくすると粒子内を流れる渦電流が少なくなるため、渦電流損失が小さくなることがよく知られている。これより、原料とする鉄を主成分とする原料粉末を分級によってあらかじめ粒径の小さい粒子だけを取り出した上で使用すると、渦電流損失による鉄損低減を実現することができる。これは、全鉄損の中で渦電流損失の占める割合が低周波域（たとえば1kHz以下）と比較すると高い高周波域での鉄損低減には非常に有効である。このような鉄基粉末を用いて作製された圧粉磁心は、たとえば使用周波数が10kHz～500kHz程度で低損失であることが要求される用途に好適である。この場合、好ましい粒径は75μm以下である。粒径の小さい粉末は大きい粉末と比べると同一の条件で加圧成形した場合、圧粉密度がやや小さくなつて磁束密度もやや低下することが知られている。しかし、たとえば成形圧力を上昇させることによって、圧粉密度を向上させることができるのである。このことを利用すると、粒径の細かい粉末を用いても高磁束密度でありながら同時に低鉄損である圧粉磁心を得ることも可能である。

【0066】また、鉄を主成分とする原料粉末には、圧縮性や圧粉磁心の磁気特性などに悪影響を及ぼさない範囲で、含有元素の調整を行ったものを用いても良い。上記した方法によって製造された鉄基粉末は、必要に応じて潤滑剤などが添加された後、金型などを用いて加圧成形され、圧粉体（圧粉磁心）とすることができます。この加圧成形の際、たとえば成形圧力を980MPa以上の高圧としたり、いったん粉末を加圧成形あるいはそれ以外の方法により予備成形体とした上で、その予備成形体を冷間で鍛造するいわゆる粉末鍛造法、粉末および必要に応じて金型を加熱して所定の温度で加圧成形するいわゆる温

間成形法、潤滑剤を粉末ではなく金型表面に塗布することで潤滑剤を添加していない粉でも金型のかじりなどを起こさずに成形できる方法である金型潤滑法、さらに金型潤滑法と温間成形法を組み合わせた温間金型潤滑成形法などを適用することにより、圧粉磁心の密度が真密度（原料粉末を構成する強磁性金属の理論密度）の95%以上となる、高密度（純鉄粉を用いた場合は圧粉磁心の密度が7.47Mg/m<sup>3</sup>以上）の圧粉磁心を製造することができる。

【0067】ところで、一般に圧粉体内部には空孔、いわゆるポアが存在する。ポアは、圧粉体の強度を低下させる原因となることが知られているが、圧粉磁心では磁束密度を低下させるなど磁気特性を悪化させる原因ともなる。これは、ポアが存在すると圧粉磁心内で磁束密度を低下させる反磁界が発生してしまうためである。反磁界の発生を抑えて、磁束密度の向上等の磁気特性改善を図るために、ポアを小さくすることがきわめて有効である。

【0068】圧粉磁心内においてポアは粒子間に存在するが、圧粉磁心の密度が真密度に対して95%未満の場合は隣接粒子間の複数のポアは連続してつながった状態、いわゆる開空孔となる。ところが、圧粉磁心の密度が真密度に対して95%以上となると粒子間に存在するポアは孤立した状態、いわゆる閉空孔となる。閉空孔になるとポアの大きさは著しく小さくなるので、反磁界の発生も抑えられ、磁束密度の著しい向上等、磁気特性改善が実現できる。よって、圧粉磁心の密度は真密度に対して95%以上とすることが好ましい。なお、さらに好ましくは98%以上である。

【0069】潤滑剤としては、ステアリン酸リチウム、ステリアン酸亜鉛、ステリアン酸カルシウムなどの金属石鹼、あるいは脂肪酸アミドなどのワックスがあげられる。なお、温間成形や温間金型潤滑を行う場合は、潤滑剤の融点が成形温度よりも低いと潤滑剤が溶融してしまい粉末部分と分離する、いわゆる潤滑剤の流出が起きてしまい、潤滑剤による効果が低下してしまう場合があるので、成形温度より融点が高い潤滑剤を1種以上用いることが好ましい。なお、本発明においては複数の潤滑剤を事前に混合しておいたものを、潤滑剤として利用してもかまわない。

【0070】成形後の熱処理の時間及び温度、さらにその雰囲気などは、用途に応じて適宜決定すればよい。なお、圧粉磁心の用途によっては行わなくても構わない。成形後、加圧時に鉄基粉末の加えられた歪を解放してヒステリシス損失を低減させるために、成形体を歪取りのための熱処理（焼鈍）を施すことが特に好ましい。また、焼鈍雰囲気は、ArやN<sub>2</sub>ガスなどの不活性ガス雰囲気、水素ガスなどの還元性ガス雰囲気、あるいは真空中のいずれでも構わない。雰囲気ガスの露点は、用途等に応じて適宜決定すれば良い。焼鈍時の昇温速度、降温速

度は、作業環境、用途に応じて適宜決めれば良い。また、昇温時あるいは降温時に、一定の温度で保持する段階を設けてもよい。

【0071】上記した、表面にシリコーン樹脂と顔料を含有する被膜を形成した鉄基粉末を用いて圧粉成形して製造された圧粉磁心は、通常、有機物が分解してしまう高温で焼鈍してもなお高い絶縁性を示す。その正確な機構については現在のところ不明であるが、本発明者らは次のように推察している。まず、鉄を主成分とする原料粉末にシリコーン樹脂と顔料を含む塗料を添加し混合する際に、塗料中のシリコーン樹脂と顔料は一体となって鉄を主成分とする原料粉末を被覆し、さらに乾燥後シリコーン樹脂が硬化することによってシリコーン樹脂は顔料を強化フィラーとして含む強固な被膜を形成する。鉄基粉末表面がシリコーン樹脂と顔料から構成される絶縁性の高い被膜で被覆されるため、圧粉磁心の絶縁性は飛躍的に向上する。

【0072】次に、このような絶縁性の高い被膜を有する鉄基粉末を用いて製造された圧粉磁心を焼鈍すると、鉄基粉末表面のシリコーン樹脂は熱分解してシリカに変わると同時に、顔料や鉄基粉末と焼結し、絶縁性が高く強度が高いセラミック状あるいはガラス状の物質を形成し、焼鈍後においても高い絶縁性と実用的な強度を実現できたものと考えられる。

【0073】したがって、本発明で用いる顔料としては、上記の焼結組織の強度や絶縁性を向上させるものであることが好ましいと推定される。具体的には、例えばアルミナーケイ酸ガラスあるいはムライトの微細結晶に類似した被膜を構成させるために、アルミナとシリカなどの組合せ、あるいはマイカやタルクなどのように板状の構造を持ちかつ絶縁性が高いため焼結組織内部にてフィラーの役割を担う材料を組み合わせる方法などが有効であると考えられる。

【0074】また、表面に、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を形成した粉末を原料粉末として使用すると、焼鈍後の絶縁性がさらに高くなる。この機構の詳細については、現在のところ不明であるが本発明者らは次のように考えている。

【0075】原料粉末にシリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を形成する表面処理を施すと、原料粉末表面に反応物質が緻密に生成し原料粉末間の絶縁性が著しく向上する。また、表面に形成される反応物質(被膜)により、原料粉末とシリコーン樹脂および顔料から構成される被膜とのぬれ性や密着性が著しく向上する。ぬれ性の向上によりシリコーン樹脂および顔料から構成される被覆はより均一となる。また、この被膜の密着性、絶縁性の向上

は、焼鈍後も維持される。これにより、原料粉末に予め表面処理を施し、下層被膜を形成することにより、焼鈍後の一層高い絶縁性が得られるものと推察される。

#### 【0076】

【実施例】(実施例1)鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン樹脂と顔料を表2に示す含有量となるように溶剤に添加した塗料を、添加し、攪拌混合した。得られた粉末に、ついで乾燥処理を施した。

【0077】鉄を主成分とする原料粉末は、表1に示す粒度分布を有する、(a)川崎製鉄(株)製の鉄粉“KIP-MG270H”、(b)川崎製鉄(株)製の鉄粉“KIP-304A”、(c)(a)川崎製鉄(株)製の鉄粉“KIP-MG270H”を扁平加工した粉末、および(d)センダスト粉末を用いた。また(e)および(f)として(b)の鉄粉“KIP-304A”を粒度調整した粉末を用いた。

【0078】シリコーン樹脂は、東レダウコーニング社製のSR2410、SR2400、SH805、SH2115、R925を用いた。

顔料は、シリカ、アルミナ、ジルコニア、チタニア、ムライト、フォルステライト、窒化珪素、窒化アルミニウム、炭化珪素、タルク、有機ベントナイト、酸化鉄、酸化クロム、酸化銅、ほうろう用フリットガラス(日本フェロー(株)01-4102P)、マイカのそれぞれ粉末またはコロイド溶液を用い、1種または2種以上を選択して用いた。なお、実施例1-54においてはシリカとしてメチルエチルケトン分散型コロイダルシリカ(シリカ濃度20質量%)、実施例1-55においてはシリカとして水分散型コロイダルシリカ(シリカ濃度20質量%)、実施例1-56においてはシリカとしてアルミナゾル・シリカゾルを1:9の割合で混合した水分散型のアルミナ・コロイダルシリカ(コロイド濃度20質量%)を用いた。なお、実施例1-56のアルミナ・コロイダルシリカにはコロイド溶媒に対して3質量%の酢酸を安定化剤として添加した。

【0079】溶媒には、実施例1-1～1-53においてはキシレンを、実施例1-54においてはキシレンとメチルエチルケトンを質量比で1:1の割合で混合した溶媒を、実施例1-55, 56においては水を用いた。なお、塗料は、塗料中の顔料とシリコーン樹脂の合計濃度が20質量%となるように調整した。顔料と鉄を主成分とする原料粉末と塗料との攪拌、混合は、ヘンシェルミキサー又は転動流動造粒機を利用した。

【0080】ヘンシェルミキサーを利用した場合は、鉄を主成分とする原料粉末に塗料全量を添加し、次に攪拌混合した。混合時間は、400秒とした。なお、被膜の付着量は、塗料の添加量を変化させて表3に示す値にそれぞれ調整した。転動流動造粒機を利用した場合には、まず鉄を主成分とする原料粉末を流動槽内で流動化させ、次にスプレーノズルを通して塗料を鉄を主成分とする原料粉末に添加した。塗料は、毎分20gの割合で添加した。塗料の添加が終了した後、乾燥のため、1200秒流動させた。なお、被膜の付着量は、塗料の噴霧量を変化さ

せて表3に示す値にそれぞれ調整した。

【0081】乾燥処理は、攪拌、混合後、室温にて10時間放置し、さらに250℃で120分加熱乾燥した。上記のようにして得られた表面に被膜を有する鉄基粉末について潤滑剤を添加、混合した。潤滑剤は、ステアリン酸亜鉛を用いた。潤滑剤の添加量は、鉄基粉末100重量部に対して0.25重量部とした。

【0082】潤滑剤の添加、混合は次の手順で行った。まず、鉄基粉末を袋に入れ、つぎに所定量の潤滑剤を、その袋中に添加した。その後、その袋の口を厳重に閉じた上で、袋全体を振動させて潤滑剤を鉄基粉末全体に均一になるように混合した。得られた混合粉末を、表3に示した成形圧にて室温(25℃)条件で加圧成形して磁気測定用のリング試料(外径38mmφ、内径25mmφ、高さ6.2mm)と、比抵抗測定用の直方体試料(幅10mm、長さ35mm、高さ6.2mm)の圧粉成形体を得た。

【0083】得られた圧粉成形体に800℃、窒素雰囲気中で1時間焼鈍を施した。なお、実施例1-19は焼鈍を実施しなかった。これらの焼鈍済み圧粉成形体(圧粉磁心)について、圧粉磁心の密度、比抵抗、10kHzでのイ

ンダクタンス、および10kHz、0.1Tでの鉄損を測定した。また、手折れ試験を実施した。

【0084】圧粉磁心の密度は、試料の質量と体積を測定し、それらの値から算出した。比抵抗は、直方体試料を用い、四端子法にて測定した。インダクタンス測定は、リング試料に0.6mmφのホルマル被覆導線を11巻きして作成したコイルを用い、アジレントテクノロジー社のLCRメーター(HP4284A)にて行った。得られたインダクタンス値から、交流比初透磁率 $\mu_{1AC}$ を算出した。

【0085】鉄損は、リング試料に、0.6mmφのホルマル被覆導線を、1次側、2次側ともに40巻きして作成したコイルを用い、アジレントテクノロジー社製のB-Hアナライザ(E5060A)にて測定した。手折試験は、比抵抗測定用試料を手で折る試験であり、手で折れたものは圧粉磁心用途には不適と判定した。

【0086】得られた結果を表3に示す。

【0087】

【表1】

鉄を主成分とする 粉末		粒度分析(質量%)					
No	種類	<45μm	45-63 μm	63-75 μm	75-106 μm	106-150 μm	150-180 μm
a	KIP-MG270H	15	10	5	20	42	8
b	KIP-304A	25	20	10	30	12	3
c	aの扁平加工粉	8	12	5	20	25	30
d	センダスト	40	25	10	15	9	1
e	KIP-304A+#100	0	0	0	0	84	16
f	KIP-304A-#200	45	35	20	0	0	0

【0088】

【表2】

区分	原料 粉末 状	シリコン樹脂*	塑 料										含有量 %	
			種類	含有量	シリカ 粉	シリカ 粉	炭化 珪素 粉	炭化 珪素 粉	有機 化合物	無機 化合物	シリカ 粉	酸化 錫	酸化 鉄	
実施例1-1	a	SR2110	50	50										50
実施例1-2	a	"	50	50										50
実施例1-3	a	"	40	40	10	10								60
実施例1-4	b	"	50	30	20									50
実施例1-5	b	"	40				40	10	10					60
実施例1-6	a	"	40	8	4		8		40					60
実施例1-7	a	"	40	8	4		8		40					60
実施例1-8	c	"	40	8	4		8		40					60
実施例1-9	a	"	40	8	2		8		40	2				60
実施例1-10	a	"	40					38		2	8	2	2	60
実施例1-11	a	"	40				8		36		6		2	60
実施例1-12	a	"	40	36	8				10		6			60
実施例1-13	a	"	40			2	8		36		8		6	60
実施例1-14	a	"	40	2		36	8				8	2	2	60
実施例1-15	c	"	40					36	2	8	8	2	2	60
実施例1-16	b	"	40	2	2	36	8				8	2	2	60
実施例1-17	d	"	40					36	2	8	8	2	2	60
実施例1-18	a	"	40					36	2	8	8	2	2	60
実施例1-19	a	"	40					36	2	8	8	2	2	60
実施例1-20	a	SR805	40	8				40		8	2			60
実施例1-21	a	SR2115	40	8				40		8	2			60
実施例1-22	a	SR2115	40	8						8	2		40	60
実施例1-23	b	SR2410	40					36	2	8	2	2	2	60
比較例1-1	a	"	100										0	
比較例1-2	a	-	0						100				100	
比較例1-3	a	工特樹脂	60						36	2	8	2	2	40
比較例1-4	a	シリカ粉	100										0	
比較例1-5	a	シリカ粉	40						36	2	8	2	2	60
比較例1-6	a	7μL-樹脂	40						36	2	8	2	2	60

\*) 含有量はシリコーン樹脂+顔料の合計に対する値 (質量%) 表1参照

【表2-2】

区分	原料 粉末 **	塗 料										含有量 *	
		シリコーン樹脂*	含有量	シリコン油	シリカ	シリカ 粉	塗化 鉛	塗化 錫	有機 錫	アリト リウム	マグ ニシウム	カド ミウム	
実施例1-24	b	シリコーン樹脂 SR2410	35						54		11		65
実施例1-25	e	"	35						54		11		65
実施例1-26	f	"	35						54		11		65
実施例1-27	e	"	20						40		40		80
実施例1-28	f	"	20						68		14		80
実施例1-29	f	"	20						40		40		80
実施例1-30	e	"	20						20		60		80
実施例1-31	f	"	20						20		60		80
実施例1-32	b	"	20						60		60		80
実施例1-33	e	"	5						60		60		10
実施例1-34	a	"	5						47		47		95
実施例1-35	b	"	5						47		47		95
実施例1-36	b	"	1						—		—		25
実施例1-37	f	"	1						31		31		99
実施例1-38	f	"	1						74		74		99
実施例1-39	f	"	0.8						25		74.2		99.2
実施例1-40	b	"	50						4		4		50
実施例1-41	b	"	50						10		10		50
実施例1-42	b	"	50						40		40		60
実施例1-43	b	"	40						55		55		60
実施例1-44	b	"	35						54		11		65
実施例1-45	b	"	35						54		11		65
実施例1-46	e	"	35						54		11		65
実施例1-47	b	"	20						40		40		80
実施例1-48	b	"	20						40		40		80
実施例1-49	b	"	20						40		40		80

\*) 含有量はシリコーン樹脂+顔料の合計に対する値(質量%) \*\*) 表1参照

【0091】  
【表5】

【表2-3】

区分	原料 粉末 **	塗 料										含有量 *		
		シリコーン樹脂 *		顔 料		有機 溶 剤								
		種 種	含有量	シリコーン樹脂	シリコーン樹脂	珪素	炭化 珪素	珪素	有機 溶 剤	アセト アル	酸化 鉄	酸化 錫	マカ ン	合計
実施例1-50	e	SP805	20						40		40			80
実施例1-51	f	SP2400	20						20		60			80
実施例1-52	b	SP805	20						40		40			80
実施例1-53	b	SP2400	20						40		40			80
実施例1-54	b	SP2400	20						40		40			80
実施例1-55	b	R25	20		80									80
実施例1-56	b	R25	20		80									80

\*) 含有量はシリコーン樹脂+顔料の合計に対する値(質量%) \*\*) 表1参照

[表3-1]

区分	圧粉強度試験結果												
	混合方法		成形圧		焼灼の有無		比抵抗		密度		真密度に対する値(%)	交流初期透磁率( $\mu_{1AC}$ )	鉄損(10kHz, 0.1T)(W/kg)
使用機器	時間(h)	シリコーン樹脂/R 糊料(質量%)	付着量(質量%)	(MPa)	( $\mu\Omega_m$ )	( $Mg/m^3$ )	( $Mg/m^3$ )	( $Mg/m^3$ )	( $Mg/m^3$ )	(%)	( $\mu_{1AC}$ )	(W/kg)	
実施例1-1	ヘンシェル	400	1	0.5		217	6.98	89	72	38.0			折れない
実施例1-2	ミキサー	1	1			327	0.81	87	71	31.3			折れない
実施例1-3		0.67	5			630	6.37	81	56	30.0			折れない
実施例1-4		1	10			1201	5.38	88	32	27.4			折れない
実施例1-5		0.67	10			1301	5.37	68	92	27.3			折れない
実施例1-6		0.67	5			1048	6.82	87	71	25.0			折れない
実施例1-7		0.67	10			2998	5.63	72	35	24.7			折れない
実施例1-8		0.67	15	686	有り	2408	6.08	77	65	24.7			折れない
実施例1-9		0.67	10			2498	5.42	69	38	24.7			折れない
実施例1-10		0.67	5			1835	6.43	82	56	22.9			折れない
実施例1-11		0.67	10			3467	5.37	68	38	22.5			折れない
実施例1-12		0.67	15			5198	5.08	65	81	22.3			折れない
実施例1-13		0.67	20			8413	4.88	62	31	22.2			折れない
実施例1-14		0.67	25			9413	4.84	62	31	22.2			折れない
実施例1-15		0.67	15			2985	6.42	82	74	22.0			折れない
実施例1-16		0.67	15			3029	5.07	85	30	23.6			折れない
実施例1-17		0.67	10			10213	4.36	62	40	1.2			折れない
実施例1-18	転動流動造粒機	0.67	5			4572	6.35	81	59	21.3			折れない
実施例1-19	ヘンシェル	400	0.67	10		300000	5.42	69	30	45.0			折れない
実施例1-20	ミキサー	0.67	0.01			103	7.62	97	85	43.0			折れない
実施例1-21		0.67	0.1	1176	有り	120	7.58	96	81	42.0			折れない
実施例1-22		0.67	10	686		2013	5.85	74	40	27.8			折れない
実施例1-23		0.67	0.6	1173		275	7.59	97	117	32.5			折れない
比較例1-1	ヘンシェル	400	-*	10		2,0	5.38	68	21	測定できず			折れない
比較例1-2	ミキサー	0	15			0.1	5.08	65	21	測定できず			折れない
比較例1-3		0.67	15			0.3	5.12	65	21	測定できず			折れない
比較例1-4		-*	5			15	6.43	82	測定できず	測定できず			折れる
比較例1-5		0.67	10			100	4.28	54	測定できず	測定できず			折れない
比較例1-6		0.67	5			0.2	5.13	65	20	測定できず			折れない

水(類)塑料管

【表 6】

【表3-2】

区分	粉 基 鉄 末			成形圧 械軸			試験結果			心 粉 鉄 末		
	混合方法	被膜	時間	シリコーン 樹脂R (kg)	付着量 (質量%)	(MPa)	の有無	比抵抗 ( $\mu\Omega\text{m}$ )	密度 ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	貫通率 初期 ( $\mu\text{A}/\text{kg}$ )	引張強度 (10 $\text{kg}/\text{cm}^2$ )	手折れ試験
実施例1-24	ヘンツェル	400	0.54	1		686		453	7.13	91	81	28.2
実施例1-25	ミキサー		0.54	2				860	6.84	87	69	34.1
実施例1-26			0.54	5				871	6.53	83	56	36.2
実施例1-27			0.25	0.1	980			165	7.52	96	120	35.6
実施例1-28			0.25	0.5	686			950	7.21	92	104	31.4
実施例1-29			0.25	0.5				1250	7.24	92	104	26.1
実施例1-30			0.25	0.1	1176		有り	152	7.62	97	128	40.5
実施例1-31			0.25	0.5	686			2342	7.24	92	104	27.3
実施例1-32			0.25	0.2	980			546	7.50	95	123	31.2
実施例1-33	転動流動造粒機		0.05	0.1	1176			120	7.63	97	129	34.6
実施例1-34			0.05	0.5	686			2342	7.12	91	90	29.4
実施例1-35			0.05	0.2	882			198	7.45	95	117	36.7
実施例1-36			0.01	0.1	1176			81	7.61	97	122	48.2
実施例1-37			0.01	0.5				342	7.32	93	101	28.9
実施例1-38			0.01	0.2	784			125	7.40	94	108	35.6
実施例1-39	ヘンツェル	400	0.008	1		686		321	7.10	90	82	31.3
実施例1-40	ミキサー		1.00	1				380	6.92	88	70	35.6
実施例1-41			1.00	1				324	6.91	88	70	34.5
実施例1-42			1.00	1				285	6.93	88	70	36.8
実施例1-43			0.67	1				189	6.90	88	70	39.0
実施例1-44			0.54	0.5				43	7.66	97	135	63.0
実施例1-45			0.54	0.2				39	7.72	98	140	74.0
実施例1-46	転動流動造粒機		0.54	0.5	1470			81	7.69	98	129	52.0
実施例1-47			0.25	0.5				127	7.88	98	125	40.0
実施例1-48			0.25	0.5	980			152	7.58	96	110	35.0
実施例1-49			0.25	0.5	1960			84	7.76	99	154	75.3

ナイト、酸化鉄、酸化クロム、酸化銅を用いた実施例1-10は、同一量の顔料を添加した実施例1-3 および実施例1-6 にくらべ、比抵抗が高く、鉄損が低減している。また、鉄基粉末としてセンダスト粉末を用いた実施例1-17は、同じ種類の塗料を用いた実施例1-10と同様に、比抵抗が高く、鉄損が低減しており、本発明は合金粉末においても有効であることがわかる。また、塗料の添加方法を、転動流動造粒機を用いて噴霧する方法とした実施例1-18は、同じ塗料を同一量添加した実施例1-10にくらべ、比抵抗が高く、鉄損が低減している。噴霧による方法が有効であることがわかる。また、焼鈍を実施しない実施例1-19は、焼鈍を実施した実施例1-11にくらべ、比抵抗が著しく高いが、鉄損が高い。

【0095】実施例1-28および実施例1-29は、使用する塗料の組成以外は同じ条件で作製した試料である。タルク比率の多い実施例1-29の方が比抵抗が高く低鉄損であった。これより、塗料組成はタルク比率が多い方が比抵抗が高くなり低鉄損になることがわかる。一方、本発明の範囲を外れる比較例は、いずれも低い比抵抗が極端に低下している。

【0096】シリコーン樹脂だけを添加した比較例1-1 、顔料だけを添加した比較例1-2 は、いずれも比抵抗が極端に低下している。また鉄損が非常に大きくなり、測定できなかった。シリコーン樹脂に代えてエポキシ樹脂を用いた比較例1-3 及びシリコーン樹脂のかわりにフェノール樹脂を用いた比較例1-6 は、焼鈍後の比抵抗がきわめて低くなり、また、鉄損が著しく増加し、測定できなかった。シリカゾルを用いた比較例1-4 、1-5 は、いずれも試料がもろく、手で折ることができた。また、リングも非常にもろく巻線ができなかった。そのため、磁気特性は調べることができなかった。

【0097】(実施例2) 鉄を主成分とする原料粉末として、表1に示す、川崎製鉄(株)製の鉄粉“KIP-304 A”(No. b)を用い、この鉄を主成分とする原料粉末に、予め、表4に示す化合物(物質)を含む被膜を下層被膜として形成する表面処理を施し、次工程の原料粉末とした。なお、下層被膜を形成する表面処理は、原料粉末に、表4に示す各種化合物を含む溶液を添加または噴霧して攪拌、混合したのち、ドラフト内で24h放置し、乾燥することにより行った。ただし、実施例2-36~2-38は大気中で10分350℃に加熱し、さらに100℃で60分加熱して乾燥させた。溶液中の化合物の濃度は5質量%とした。原料粉末への化合物の添加量が表4に示す値になるように溶液の添加あるいは噴霧を行った。たとえば、原料粉末への化合物の添加量が0.05質量%であるとすると、原料粉末に対して添加あるいは噴霧した溶液の量は1質量%となる。ただし、実施例2-32については希釀せずに、シラン化合物を、そのまま原料粉末へ添加して混合した。

【0098】鉄を主成分とする原料粉末と各種化合物を

【表3-3】

区分	圧粉磁心					
	混合方法	時間	樹脂/顔料 R	付着量 (質量%)	密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	試験結果
実施例1-50	ヘンシェル	400	0.25	0.1	980	180 7.51 96 120 35.8 折れない
実施例1-51	ミキサー	0.25	0.5	686	2380	7.24 92 104 27.4 折れない
実施例1-52	転動流動造粒機	0.25	0.5	1470	127 7.67 98 125 40.0 折れない	
実施例1-53		0.25	0.5	980	152 7.59 97 110 34.9 折れない	
実施例1-54		0.25	0.5	1470	45 7.70 98 128 16.8 折れない	
実施例1-55		0.25	0.5	1470	58 7.69 98 130 71.0 折れない	
実施例1-56		0.25	0.5	1470	79 7.71 98 131 65.3 折れない	

【0094】実施例は、いずれも比抵抗が高く、鉄損が低い圧粉磁心が得られている。なお、顔料に主としてアルミナを用いた実施例1-6 は、同一量の顔料を添加した実施例1-3 に比べ比抵抗が高く、鉄損が低減している。また、顔料にアルミナ、タルク、チタニア、有機ペント

含む溶液との攪拌、混合は、ヘンシェルミキサーまたは転動流動造粒機を利用した。ヘンシェルミキサーを利用した場合は、鉄を主成分とする原料粉末に各種化合物を含む溶液全量を添加し、次に攪拌混合した。混合時間は、400秒とした。なお、被膜の付着量は、溶液の添加量を変化させて表6に示す値にそれぞれ調整した。

【0099】転動流動造粒機を利用した場合には、まず鉄を主成分とする粉末を流動槽内で流動化させ、次にスプレーノズルを通して溶液を鉄を主成分とする粉末に添加した。溶液の添加が終了した後、乾燥のため、1200秒流動させた。なお、被膜の付着量は、溶液の噴霧量を変化させて表6に示す値にそれぞれ調整した。ついで、表4に示すような物質（化合物）を含む被膜（下層被膜）を表面に形成した原料粉末に対し、さらに、（実施例1）と同様に、シリコーン樹脂と顔料を表5に示す含有量となるように溶剤に添加した塗料を、添加あるいは噴霧して攪拌、混合を行った。攪拌、混合はヘンシェルミキサーまたは転動流動造粒機を用いた。付着量は、表6に示したとおりである。装置の運転は、それぞれ（実施例1）と同様の方法とした。

【0100】これらの処理により、前記した下層被膜の上に上層被膜としてシリコーン樹脂と顔料を含む被膜（上層被膜）が形成された、下層被膜および上層被膜を有する鉄基粉末が得られた。なお、シリコーン樹脂と顔料を含む被膜（上層被膜）を形成せず、下層被膜のみの

鉄基粉末を比較例とした。上記のようにして得られた表面に被膜を有する鉄基粉末に、ついで潤滑剤を添加、混合した。潤滑剤は、ステアリン酸亜鉛を用いた。潤滑剤の添加量は、鉄基粉末100重量部に対して0.25重量部とした。

【0101】潤滑剤の添加、混合は次の手順で行った。まず、鉄基粉末を袋に入れ、つぎに所定量の潤滑剤を、その袋中に添加した。その後、その袋の口を厳重に閉じた上で、袋全体を振動させて潤滑剤を鉄基粉末全体に均一になるように混合した。得られた混合粉末を、表6に示した成形圧にて室温（25°C）条件下にて加圧成形して磁気測定用のリング試料（外径38mmΦ、内径25mmΦ、高さ6.2mm）と、比抵抗測定用の直方体試料（幅10mm、長さ35mm、高さ6.2mm）の圧粉成形体を得た。

【0102】得られた圧粉成形体に800°C、窒素雰囲気中で1時間焼鈍を施した。これらの焼鈍済み圧粉成形体（圧粉磁心）について、（実施例1）と同様に、圧粉磁心の密度、比抵抗、10kHzでのインダクタンス、および10kHz、0.1Tでの鉄損を測定した。また、手折れ試験を実施した。なお、測定方法、試験方法は（実施例1）と同様とした。

【0103】得られた結果を表6に示す。

【0104】

【表8】

【表 4 - 1】

原料 粉末 No.	鉄を主成 分とする 粉末	混合方法		溶 液	
		使用 機器	時間 s	化合物 種類:(質量**)	溶 媒
A	KIP-304A	ヘンシェル ミキサー	400	アミノプロピルトリエトキシラン:0.05	エタノール
B				シリルバーオキサイド:0.05	
C				テトライソプロピルチタネート:0.05	
D				テトライソプロピルチタネート:0.025, イソプロポキシチタニウムステアレート:0.025	
E				テトライソプロピルチタネート:0.02, テトラブチルチタネート:0.02 テトラステアリルチタネート:0.01	
F				ジルコニウムカップリング剤:0.05	
G				リン酸:0.05	
H				リン酸エスカル:0.05	
I				有機クロム 酸塩:0.05	
J				リン酸:0.04 アミノプロピルトリエトキシラン:0.01	
K				リン酸:0.05	
L	転動流動 造粒機	—	—	—	—
M				メチルトリメトキシラン:0.1	エタノール
N				メチルトリメトキシラン:0.5	
O				メチルトリメトキシラン:1.0	
P				ジメチルジメトキシラン:0.05	
Q				ジメチルジメトキシラン:0.2	
R				フェニルトリメトキシラン:0.5	
S				フェニルトリメトキシラン:2.0	
T				フェニルトリエトキシラン:0.5	
U				ヘプタデカトリフルオロデシルトリメトキシラン:1.0	
V				エチルシリケート:1.0	エタノール 95 % 水 5 % の 混合溶液
W				加水分解処理済エチルシリケート:0.5	
X				メチルシリケート:0.1	
Y		ヘンシェル ミキサー	400	メチルトリメトキシラン:0.5	—**

\*) 鉄を主成分とする粉末全量に対する

\*\*) 溶剤を使用しない

【表 9】

【表4-2】

原料 粉末 No.	鉄を主成 分とする 粉末	混合方法 使用機器	溶 液	
			化合物* 種類:(質量%)	溶 媒
Z 1	KIP-304A	転動流動 造粒機	ガラス状絶縁物 1 : 0.1	水
Z 2			ガラス状絶縁物 2 : 0.1	
Z 3			ガラス状絶縁物 3 : 0.1	

## \*) 化合物

- ガラス状絶縁物1は、第一リン酸Al 100質量部、リン酸10質量部、重クロム酸カリウム20質量部、重クロム酸アンモニウム5質量部、オキシエチレンオキシプロピレンブロックポリマー0.5質量部、硝酸5質量部となるように配合した濃度が5質量%の水溶液。
- ガラス状絶縁物2は、第一リン酸Ca 100質量部、リン酸10質量部、重クロム酸カリウム20質量部、重クロム酸アンモニウム5質量部、オキシエチレンオキシプロピレンブロックポリマー0.5質量部、硝酸5質量部となるように配合した濃度が5質量%の水溶液。
- ガラス状絶縁物3は、第一リン酸Zn 100質量部、リン酸10質量部、重クロム酸カリウム20質量部、重クロム酸アンモニウム5質量部、オキシエチレンオキシプロピレンブロックポリマー0.5質量部、硝酸5質量部となるように配合した濃度が5質量%の水溶液。

【0106】

【表10】

【表5-1】

区分	原料粉末 No. ***	塗 料 **										備 考
		シリコーン樹脂 *	含有量	アルミ	有機シントナイト	タルク	チタニア	酸化鉄	酸化ヒマツ油	酸化銅	含有量 *	
実施例 2-1	A	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	80	
実施例 2-2	B	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例 2-3	C	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例 2-4	D	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例 2-5	E	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例 2-6	F	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例 2-7	G	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例 2-8	H	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例 2-9	I	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例 2-10	J	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例 2-11	K	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例 2-12	L	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	リン酸 : 0.05***
実施例 2-13	G	SR2410	20	68	14						80	
実施例 2-14	A	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-15	K	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-16	C	SR2410	10	76		14					90	
比較例 2-1	G	—	—								0	
比較例 2-2	A	—	—								0	
実施例 2-17	M	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-18	N	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-19	O	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-20	O	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-21	P	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-22	Q	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-23	R	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-24	S	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-25	T	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-26	U	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-27	L	SR2410	20	40		40					80	\$1 : 0.5****
実施例 2-28	L	SR2410	20	40		40					80	\$2 : 1.0****
実施例 2-29	V	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-30	W	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-31	X	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2-32	Y	SR2410	20	40		40					80	

\*) 含有量はシリコーン樹脂+顔料の合計に対する値 (質量%)

\*\*) 塗料の溶剤はキシレンを使用

\*\*\*) 表4参照

\*\*\*\*) 鉄基粉末全量に対する含有量 (質量%)

\$1 : シリコン化合物 (メチルトリメトキシシラン)

\$2 : シリコン化合物 (ジメチルジメトキシシラン)

【0108】  
【表12】

【表5-2】

区分 No.	原料粉末 No. ***	塗 料						含有量 * 合計
		シリコーン樹脂*	種類	含有量	71:3 有機バトナト	外殻	チニジ 酸化鉄	
実施例2-33	R	SP2400	20	40	40			80
実施例2-34	S	SR805	20	40	40			80
実施例2-35	V	SR805	20	40	40			80
実施例2-36	Z1	SP2410	20	40	40			80
実施例2-37	Z2	SP2410	20	40	40			80
実施例2-38	Z3	SP2410	20	40	40			80

\*) 含有量はシリコーン樹脂+顔料の合計に対する値(質量%)

材) 塗料の溶剤はキシレンを使用

材) 表4参照

\*\*\*) 鉄基粉末全量に対する含有量(質量%)

区分	原料 粉末 板塗の種類	試験結果									
		成形 圧					試験結果				
		下層 付着量 (質量)	上層 付着量 (質量)	混合方法 使用機器 時間(s)	比抵抗 ( $\mu\Omega\text{m}$ )	電導 ( $\mu\text{A}/\text{V}^2$ )	漏電度 に対する 割合(%)	交流比 (10kHz, 0.1T) (V/Hz)	絶縁 (10kHz, 0.1T) (V/Hz)	手折れ 試験	
実施例2-1	A シリコン化合物	0.05			850	7.50	95	85	27.5	折れない	
実施例2-2	B シリコン化合物	0.05			820	7.49	95	86	29.8	折れない	
実施例2-3	C チタン化合物	0.05			820	7.48	95	84	30.2	折れない	
実施例2-4	D チタン化合物	0.05			780	7.49	95	86	30.4	折れない	
実施例2-5	E チタン化合物	0.05			830	7.48	95	85	30.8	折れない	
実施例2-6	F シルニウム化合物	0.05			670	7.52	96	86	29.2	折れない	
実施例2-7	G リン化合物	0.05			970	7.63	96	92	26.1	折れない	
実施例2-8	H リン化合物	0.05			840	7.52	96	88	28.2	折れない	
実施例2-9	I クロム化合物	0.05			160	7.49	95	83	30.1	折れない	
実施例2-10	J リン化合物+シリカ化合物	0.05			1010	7.50	95	91	25.6	折れない	
実施例2-11	K リン化合物	0.05			1020	7.50	95	90	25.4	折れない	
実施例2-12	L -	-			850	7.52	96	89	26.1	折れない	
実施例2-13	G リン化合物	0.05			1115	7.52	96	92	25.4	折れない	
実施例2-14	A シリコン化合物	0.05			1250	7.50	95	86	23.2	折れない	
実施例2-15	K リン化合物	0.05			1540	7.50	95	91	21.8	折れない	
実施例2-16	C チタン化合物	0.05			970	7.49	95	82	29.0	折れない	
比較例2-1	G リン化合物	0.05			1240	7.24	92	98	35.0	測定できない	
比較例2-2	A シリコン化合物	0.05			210	7.70	98	105	30.0	測定できない	
実施例2-17	M シリコン化合物	0.1			230	7.69	98	128	34.0	折れない	
実施例2-18	N シリコン化合物	0.5			1200	7.65	97	124	31.0	折れない	
実施例2-19	O シリコン化合物	1.0			960	7.49	95	120	38.0	折れない	
実施例2-20	O シリコン化合物	1.0			940	7.54	96	124	37.2	折れない	
実施例2-21	P シリコン化合物	0.1			12310	6.86	87	75	31.0	折れない	
実施例2-22	Q シリコン化合物	0.2			24500	6.32	80	60	29.5	折れない	
実施例2-23	R シリコン化合物	0.5			890	7.46	95	120	36.5	折れない	
実施例2-24	S シリコン化合物	2.0			910	7.50	96	120	28.4	折れない	
実施例2-25	T シリコン化合物	0.5			1176	7.72	98	143	21.5	折れない	
実施例2-26	U シリコン化合物	1.0			0.2	1470	3880	7.70	98	140	27.3
実施例2-27	L -	-			0.2	1470	3820	7.71	98	128	28.1
実施例2-28	L -	-			0.2	1470	3880	7.67	98	137	28.0
実施例2-29	V シリコン化合物	1.0			0.2	1470	200	7.67	98	135	38.7
実施例2-30	W シリコン化合物	0.5			0.2	1470	200	7.67	98	135	38.7
実施例2-31	X シリコン化合物	0.1			0.2	1470	200	7.67	98	135	38.7
実施例2-32	Y シリコン化合物	0.5			0.2	1470	200	7.67	98	135	38.7

\*) 錠剤なし 妥) 表4参照

区分	原料 粉末	被膜 被膜の種類	下層 付着量 (質量%)	上層 付着量 (質量%)	混合方法		使用機器	試験
					シリコーン樹脂 R	シリコーン樹脂 K		
実施例2-33	R	シリコン化合物	0.5	0.25	0.05	0.05	1960	折れない
実施例2-34	S	シリコン化合物	2.0	0.25	2.0	0.25	686	折れない
実施例2-35	V	シリコン化合物	1.0	0.25	0.2	0.2	1470	折れない
実施例2-36	Z1	リン化物 +クロム化合物	0.1	0.25	0.2	0.2	1470	折れない
実施例2-37	Z2	リン化物 +クロム化合物	0.1	0.25	0.2	0.2	1470	折れない
実施例2-38	Z3	リン化物 +クロム化合物	0.1	0.25	0.2	0.2	1470	折れない

\*1)表4参照

【0110】実施例は、いずれも比抵抗が高く、絶縁性が向上した、鉄損が低い圧粉磁心が得られている。実施例2-1～2-10はいずれも、表面にシリコーン樹脂と顔料を含む被膜のみの場合（実施例1-23）に比べ、絶縁性が向上している。また、表面にシリコーン樹脂と顔料を含

む被膜を形成しない、比較例2-1～2-2に比べても絶縁性は良好であり、鉄損も低い。また、下層被膜形成時の混合に転動流動造粒機を利用した実施例2-11は、ヘンシェルミキサーを利用した実施例2-7に比べ、絶縁性が向上し、鉄損が低下している。

- 【0111】塗料に、リン酸またはシリコン化合物を添加、混合し、下層被膜処理と上層被膜処理を同一プロセスで行えるようにした塗料を準備し、この塗料を、鉄を主成分とする粉末に添加、混合して、表面にシリコーン樹脂と顔料、さらに化合物を含む被膜を形成した鉄基粉末を使用した実施例2-12および実施例2-27、2-28は、シリコーン樹脂と顔料のみを含む被膜を有する実施例1-23に比べ、絶縁性が向上し、鉄損が低減している。なお、被膜中のリン酸またはシリコン化合物含有量が、鉄基粉末全量に対し、表5に示した量となるように化合物を塗料に添加した。

- 【0112】（実施例3）鉄を主成分とする原料粉末として、表1に示す、川崎製鉄（株）製の鉄粉“KIP-304A”（粉末No.=b）を篩目#100、あるいは篩目#200の篩で分級し、その篩（篩目#100）上の粉である“KIP-304A+ #100”（原料粉末No.=e）およびその篩（篩目#200）下の粉である“KIP-304A- #200”（原料粉末No.=f）に、予め、表7に示す化合物を含む被膜を下層被膜として形成する表面処理を施し、次工程の原料粉末（原料粉末No.=GA, GB, GC, GD, GE, GF）とした。なお、下層被膜を形成する表面処理は、原料粉末（No.=e, f）に、表7に示す化合物を含む溶液を添加して攪拌、混合したのち、ドラフト内で24h放置し、乾燥することにより行った。なお、溶液中の化合物の濃度は5質量%とした。また、原料粉末への化合物の添加は、該化合物添加量が表7に示す値となるように化合物を含む溶液を原料粉末に添加して行った。

- 【0113】攪拌、混合は、鉄を主成分とする粉末に、化合物を含む溶液全量を添加し、ヘンシェルミキサーを利用して、下層被膜を形成した原料粉末とした。混合時間は、400秒とした。ついで、上記したような原料粉末（No.=e, f, GA, GB, GC, GD, GE, GF）に、（実施例1）と同様に、シリコーン樹脂と顔料を表8に示す含有量となるように溶剤に添加した塗料を、添加し、ヘンシェルミキサーを利用し攪拌混合した。得られた粉末について乾燥処理を施した。乾燥処理は、攪拌、混合後、室温にて10時間放置し、さらに250°Cで120分加熱乾燥した。これらの処理により、粉末表面あるいは下層被膜の上に、シリコーン樹脂と顔料を含む被膜（上層被膜）が形成された鉄基粉末が得られた。

- 【0114】上記のようにして得られた、表面に被膜を有する鉄基粉末に、ついで潤滑剤を添加、混合した。潤滑剤は、ステアリン酸亜鉛を用いた。潤滑剤の添加量は、鉄基粉末100重量部に対して0.25重量部とした。潤滑剤の添加、混合は、（実施例2）と同様に行った。得

られた混合粉末を、表 9 に示した成形圧にて室温(25°C)条件下にて加圧成形して磁気測定用のリング試料(外径38mmφ、内径25mmφ、高さ6.2mm)と、比抵抗測定用の直方体試料(幅10mm、長さ35mm、高さ6.2mm)の圧粉成形体を得た。

【0115】得られた圧粉成形体に800°C、窒素雰囲気中で1時間焼鈍を施した。これらの焼鈍済み圧粉成形体(圧粉磁心)について、(実施例1)と同様に、圧粉磁心の密度、比抵抗、10kHzでのインダクタンス、および10kHz、0.1Tでの鉄損を測定した。また、手折試験を実施した。なお、測定方法、試験方法は(実施例1)と同様とした。

【0116】また、得られた焼鈍済み圧粉成形体(圧粉磁心)について、リング試料を用いてさらに、1kHz、0.1Tの鉄損および、印加磁界H=10000 A/mとしたときの磁束密度B10000、あるいは5kHz、0.1Tの鉄損を測定した。鉄損は、リング試料に、0.6mmφのホルマル被覆導線を、1次側、2次側ともに40巻きして作成したコイルを用い、アジレントテクノロジー社製のB-Hアナライザ(E5060A)にて測定した。磁束密度は、リング試料に、0.6mmφのホルマル被覆導線を、1次側100巻き、2次側20巻きして作成したコイルを用い、横河電機製磁気ヒステリシスループトレーサー3257型を用いて測定した。なお、(実施例1)で作製した焼鈍済み圧粉成形体(圧粉磁心)実施例1-23の試料についても同様に測定した。

【0117】得られた結果を表9に示す。

【0118】

【表14】

10

20

原料粉末 No.	鉄を主成分とする 原料粉末No.**	混合方法		化合物種類:(質量%)	溶媒
		使用機器	時間(s)		
G A	( e ) KIP-304A #100**	ヘンシェルミキサー	400	リン酸:0.05	エタノール
G B	( f ) KIP-304A #200**	—	—	メチルトリメトキシシラン:0.3	メチルトリメトキシシラン:0.5
G C	( e ) KIP-304A #100**	—	—	メチルトリメトキシシラン:0.3	メチルトリメトキシシラン:1.0
G D	( e ) KIP-304A #100**	転動流動造粒機	—	メチルトリメトキシシラン:1.0	メチルトリメトキシシラン:1.0
G E	( e ) KIP-304A #100**	—	—	—	—
G F	( f ) KIP-304A #200**	—	—	—	—

【0119】

【表15】

\* ) 鉄を主成分とする粉末全量に対する  
\*\*) 表1参照

【表7】

【表 8】

区分	原料粉末	塗 料						含有量 合計
		シリコーン樹脂	含有量 アラミド 繊維	有機 樹脂	タルク	チタニ ウム	酸化鉄	
実施例 3-1	e	SR2410	40	36	2	8	8	2
実施例 3-2	G A	SR2410	40	36	2	8	8	2
実施例 3-3	e	SR2410	20	40	40			80
実施例 3-4	G A	SR2410	20	40	40			80
実施例 3-5	f	SR2410	20	40	40			80
実施例 3-6	e	SR2410	40	36	2	8	8	2
実施例 3-7	G C	SR2410	40	36	2	8	8	2
実施例 3-8	e	SR2410	20	40	40			80
実施例 3-9	G D	SR2410	20	40	40			80
実施例 3-10	G E	SR2410	20	40	40			80
実施例 3-11	f	SR2410	40	36	2	8	8	2
実施例 3-12	G B	SR2410	40	36	2	8	8	2
実施例 3-13	f	SR2410	20	40	40			80
実施例 3-14	G B	SR2410	20	40	40			80
実施例 3-15	G F	SR2410	20	40	40			80
実施例 3-16	G F	SR2410	20	40	40			80
実施例 1-23	b	SR2410	40	36	2	8	8	2

【表 16】

【0120】

区分	鐵基粉末		圧粉強度		試験結果										
	成形圧		成形の有無	比抵抗	密度	交流比	鉄損	鉄損	磁束密度	手折れ試験					
	下層	上層													
	被膜の種類	付着量 (質量) R	混合方法 時間 使用機器	成形圧 ( $\text{Pa}$ )	付着量 (質量) R	比抵抗 ( $\mu\Omega\text{m}$ )	密度 ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	交流比 初期透磁率 (%)	鉄損 ( $\text{W}/\text{kg}$ )	鉄損 ( $\text{W}/\text{kg}$ )					
実施例3-1	-	-	0.67	1176	0.5	104	7.67	98	110	45.2	2.30	-	1.65	折れない	
実施例3-2	リゴ化物	0.05		0.67	180	1.65	97	129	32.5	2.29	-	1.58	折れない		
実施例3-3	-	-		0.25	400	0.5	150	7.67	98	137	42.1	2.12	-	1.67	折れない
実施例3-4	リゴ化物	0.05	ヘンゼルミキサー	0.67	1470	0.25	232	7.66	97	143	34.3	2.01	-	1.65	折れない
実施例3-5	-	-		0.67	686	0.5	430	7.67	98	138	24.1	1.76	-	1.68	折れない
実施例3-6	-	-		0.67	686	0.5	340	7.28	98	78	34.3	2.50	-	1.37	折れない
実施例3-7	リゴ化物	0.3		0.67	980	0.25	676	7.26	92	77	34.5	2.60	-	1.35	折れない
実施例3-8	-	-		0.67	980	0.5	210	7.63	96	119	38.4	2.20	-	1.48	折れない
実施例3-9	リゴ化物	0.5		0.67	1470	0.25	312	7.52	96	117	33.0	2.18	-	1.48	折れない
実施例3-10	リゴ化物	1.0		0.67	1176	0.2	460	7.70	98	150	81.2	1.98	-	1.72	折れない
実施例3-11	-	-		0.67	1176	0.5	450	7.54	98	98	28.1	-	53	-	折れない
実施例3-12	リゴ化物	0.05		0.67	1020	0.25	510	7.55	96	98	23.2	-	42	-	折れない
実施例3-13	-	-		0.67	1470	0.5	1402	7.54	96	102	21.2	-	35	-	折れない
実施例3-14	リゴ化物	0.05		0.67	3960	0.25	686	7.12	91	72	30.1	-	37	-	折れない
実施例3-15	リゴ化物	1.0		0.67	1201	0.5	1470	7.66	98	135	28.1	-	34	-	折れない
実施例3-16	リゴ化物	1.0		0.67	0.5	1176	275	7.59	97	117	32.5	2.40	65	1.50	折れない
実施例1-23	-	-													

【表9】

【0121】実施例1-23に比べ粒径の大きい原料粉末(鉄を主成分とする粉末)を用いた実施例3-1、実施例3-2では、実施例1-23に比べ1kHz、0.1Tの鉄損が低減し、また、磁束密度B10000が0.1T以上大きくなっています。また、-#200の原料粉末を用い、1176MPaにて加圧

成形した実施例3-5は、細かい粒径の粉末を用いたにもかかわらず高い圧粉密度を示し、その磁束密度B10000も高かった。一方、10kHz、0.1Tの鉄損は、大きな粒径を用いたものよりも低く、細かい原料粉末を用い、かつ高圧で成形すると高い磁束密度と低鉄損を両立できるこ

とがわかる。また、実施例1-23に比べ粒径の小さな原料粉末を用いた実施例3-11～実施例3-14では、実施例1-23に比べ5kHz、0.2Tの鉄損および10kHz、0.1Tの鉄損がいずれも低減している。

【0122】図1は、成形圧と圧粉磁心の密度の関係を示したものである。成形圧が上昇するに従って圧粉磁心の密度は上昇し、この実施例で示した鉄基粉末では、成形圧が980MPa以上で真密度に対して95%以上の密度を示す圧粉磁心が得られた。また、図2は、圧粉磁心の密度と磁束密度の関係を示したものである。圧粉磁心の密度の上昇に従って磁束密度の上昇が認められ、さらに圧粉磁心の密度7.47Mg/m<sup>3</sup>以上では圧粉磁心の密度の上昇に対して磁束密度の向上度合いが著しく大きくなつた。圧粉磁心の密度が真密度に対して95%以上の値を示したときに、磁束密度などの磁気特性が顕著に改善するため、圧粉磁心の密度を真密度の95%以上とするのが好ましいことがわかる。

【0123】さらに、圧粉磁心の密度が、真密度に対して98%以上となる7.70Mg/m<sup>3</sup>以上となると、磁束密度B10000は1.70T以上となり、電磁鋼板を用いた場合と同等の磁束密度を実現する。これは、モータなどのように高トルク出力が求められるような用途へも本発明が適用可能であることを示している。

(実施例4) 実施例4-1～実施例4-5は、表10に示す

2種類の塗料を準備し、それぞれを表11に示す装置にて、同じく表11に示した付着量となるように添加して、鉄を主成分とする原料粉末の表面にシリコーン樹脂および顔料を含む塗料の被膜を形成せしめた。その際用いた鉄を主成分とする原料粉末も併せて表11に示す。

【0124】鉄を主成分とする原料粉末に添加する際に当たっては、まず1回目の被膜の形成を(実施例1)にて示した方法と同様の手順で行って乾燥させたのち、次に2回目の被膜の形成を同じく(実施例1)に示す方法と同様の手順を用いて行い、そのようにして得られた粉末を乾燥させて、目的の鉄基粉末を得た。実施例4-5では、鉄を主成分とする原料粉末として、リン酸による表面処理を行って、リン酸化合物を含む下層被膜を持つ粉末を用いた時の結果である。下層被膜を形成する表面処理は(実施例2)と同様の方法で行った。この原料粉末に、上記と同様に表10に示す塗料を表11に示す要領で添加し、被膜を形成して目的の鉄基粉末を得た。

【0125】これらの鉄基粉末を用いて、(実施例1)と同様の試料を作製し、(実施例1)と同様の評価を実施した。その結果を表11に示す。本発明は複数の塗料を順次被覆していく場合でも有効なことが分かる。

【0126】

【表17】

【表10】

シリコーン樹脂	塗料							
	種類	含有量	顔料					
			アルミナ	有機マグネシウム	タルク	チタニア	酸化鉄	酸化クロム
1回目被覆用塗料	SR2410	20	40		40			
2回目被覆用塗料	SR2410	40	36	2	8	8	2	2
								80
								60

【表11-1】

区分	原料粉末	鉄基粉末								総被膜量 (質量%)	
		下層		上層				上層(1回目被覆)			
		被膜の種類	付着量 (質量%)	混合方法		被膜		混合方法			
実施例4-1	b			ヘンシェルミキサ	400	0.25	0.25	ヘンシェルミキサ	400	0.5	
実施例4-2	b	—	—	—	—		0.1	—	—		
実施例4-3	b	—	—	—	—		0.25	転動流動造粒機	—		
実施例4-4	e	—	—	転動流動造粒機	—		0.4	ヘンシェルミキサ	400		
実施例4-5	b	シリコン化合物	0.05	—	—		0.4	—	—		

【表11-2】

区分	圧粉磁心							
	成形圧 (MPa)	焼結の有無	試験結果					
			比抵抗 ( $\mu\Omega\text{cm}$ )	密度 ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	真密度に対する値 (%)	交流比 初透磁率 $\mu_{\text{AAC}}$	鉄損 (10kHz, 0.1T) (W/kg)	
実施例4-1	686	あり	230	7.21	92	94	38.5	折れない
実施例4-2			190	7.09	90	92	41.2	折れない
実施例4-3			395	7.24	92	95	36.2	折れない
実施例4-4			210	7.27	92	92	39.4	折れない
実施例4-5			1345	7.25	92	98	28.1	折れない

【0127】(実施例5) 実施例5-1～5-7では、作製条件を表12に示すものとし、(実施例1)および(実施例2)と同様の手順で作製した鉄基粉末で圧粉磁心試料を作製した。ここでは、成形圧1470MPa、室温(25°C)で加圧成形した後、同表のように焼鈍条件を変えた。なお、下層被膜用シリコン化合物にはメチルトリメトキシシランを用いた。また、上層被膜用塗料は実施例1-47と同じものを用いた(表2-2参照)。これらの試料について(実施例1)と同様の手順で特性を評価した。その結果を表12に示す。焼鈍温度を上げていくに

従って、鉄損は低減していく。特に焼鈍温度を400°C以上としたときに顕著な鉄損低減が認められる。焼鈍温度を上昇させるに従って、初透磁率は上昇した。これにより、本発明で得られる圧粉磁心は焼鈍することにより磁気特性が改善し、特に400°C以上の温度で焼鈍することにより顕著な磁気特性改善効果が得られることがわかる。

【0128】

【表18】

区分	試料 粉末	鉄基粉末被膜						圧粉磁心					
		下層			上層			成形 温度 (℃)	比抵抗 (μΩcm)	密度 (g/cm³)	真密度 (g/cm³)	交流比 (10kHz, 0.1T) (μ <sub>AC</sub> )	吸湿 (W/kg)
		被膜の種類	付着量 (質量%)	混合方法 旋流機器	成形 温度 (℃)	付着量 (質量%)	塗料 種類						
実施例5-1	b	-	-	-	-	-	-	なし	1560	7.66	97	91	56.0
実施例5-2	b	-	-	造粒機 流動	-	-	-	400	890	7.66	97	102	42.4
実施例5-3	b	-	-	造粒機 流動	0.25	0.5	1470	500	250	7.67	98	118	42.0
実施例5-4	b	-	-	造粒機 流動	-	-	-	700	140	7.68	98	123	39.8
実施例5-5	b	シリコン化合物	1.0	-	-	-	-	なし	12200	7.65	97	86	55.3
実施例5-6	b	シリコン化合物	1.0	-	-	-	-	500	2300	7.65	97	115	37.0
実施例5-7	b	シリコン化合物	1.0	-	-	-	-	700	1430	7.66	97	124	32.0

[表12]

【0129】(実施例6) 実施例6-1～6-8では、作製条件を表13に示すものとし、(実施例1)および(実施例2)と同様の手順で作製した鉄基粉末で圧粉磁心試料を作製した。ここでは、成形圧686MPaで室温(25°C)条件下にて加圧成形した後、冷間で閉塞鍛造することに

50 より同表に示す種々の密度に調整し、同表に示す温度で焼鈍を行った。なお、下層被膜用シリコン化合物にはメチルトリメトキシシランを用いた。また、上層被膜用塗料は実施例1-47と同じものを用いた(表2-2参照)。

これらの試料について(実施例1)と同様の手順で特性

を評価した。その結果を表13に示す。本発明の圧粉磁心は、冷間鍛造にて作製しても、通常の加圧成形を行つた場合と同様に、優れた磁気特性を示すことがわかる。

【0130】

【表19】

区分	鐵基粉末				圧粉磁心							
	原料 粉末	被膜			試験結果				密度 (kg/m <sup>3</sup> )	初期誘導 ( $\mu_{11c}$ ) (10 <sup>-11</sup> T)	磁束密度 (T/kg) B10000	手筋
		下層	上層	付着量 (質量%)	混合方法 使用機器	潤滑 料 R	付着量 (質量%)	初期誘導 ( $\mu_{11c}$ ) (10 <sup>-11</sup> T)				
実施例6-1	b	-	-	0.5	7.70	98	500	190	135	42.0	1.69	折れない
実施例6-2	b	-	-	0.5	7.70	98	700	150	140	38.4	1.71	折れない
実施例6-3	b	-	-	0.25	7.75	98	500	140	140	45.0	1.72	折れない
実施例6-4	b	-	-	0.2	7.75	98	700	80	145	36.4	1.75	折れない
実施例6-5	b	-	-	0.2	7.75	98	800	40	154	37.1	1.78	折れない
実施例6-6	b	シリコン化合物	1.0	0.5	7.70	98	500	890	129	37.0	1.67	折れない
実施例6-7	b	シリコン化合物	1.0	0.2	7.75	98	800	790	140	38.3	1.71	折れない
実施例6-8	b	シリコン化合物	1.0	0.2	7.75	98	800	450	155	32.1	1.75	折れない

【0131】(実施例7) (実施例1) および (実施例2) と同様の手順で鉄基粉末を得た上で、作製条件を表

14に示す条件として圧粉磁心試料を作製した。加圧成形温度と潤滑条件については表14に示した通りであ

る。成形後、同表に示す温度で焼鈍を行った。なお、下層被膜用シリコン化合物にはメチルトリメトキシシランまたは加水分解処理済のエチルシリケートを用いた。また、上層被膜用塗料は表15に示す組成のものを用いた。なお、表15のAは実施例1-47と同じものである（表2-2参照）。加圧成形温度を130℃にして成形する温間成形法あるいは温間金型潤滑成形法の場合は、まず加圧成形用の金型を予熱して金型表面温度を加圧成形温度にし、さらに加圧成形温度と同じ温度に加熱された鉄基粉末を金型に充填した後、加圧成形を行った。金型潤滑をする場合は、潤滑剤をエタノール溶媒に濃度5質量%となるように調整した潤滑剤溶液を塗布して溶媒が

10

乾燥した後に加圧成形を行う方法いわゆる液体金型潤滑法と、金型潤滑装置（Gasbarre社製）を用いて潤滑装置内で帶電させた潤滑剤を金型内に噴霧導入して金型表面に潤滑剤を帶電付着させる方法いわゆる粉末金型潤滑法を用いた。いずれも金型への付着量は10g/m<sup>2</sup>とした。これらの試料について（実施例1）と同様の手順で特性を評価した。その結果を表14に示す。本発明の圧粉磁心は、いわゆる温間成形・金型潤滑成形・温間金型潤滑成形を用いて作製した場合も、通常の加圧成形を行った場合と同様に優れた磁気特性を示すことがわかる。

【0132】

【表20】

区分	被 質			成 形 条 件			試 験 結 果						
	下層 粉末 の種類	上層 粉末 の種類	混 合 方 法	成形 圧 力 (t)	潤滑 方 法	使 用 潤滑 剤	潤滑剤の 融点 (°C)	燃 燃 温 度 (°C)	比抵抗 (μΩm)	電 流 (mA)	初透輝度 (%)	燃 指 (%)	手 感
1				25	液体金属精製法	ガリウム亜鉛	127	700	200	7.62	97	128	88.8 折れない
2				980	粉末金属精製法	ガリウム亜鉛	127	700	190	7.62	97	134	39.1 折れない
3	-	0.0	粉基粉末へ混合(4)	130	ガリウム精製法	ガリウム	120	700	18	7.63	97	135	39.5 折れない
4			液体金属精製法	980	ガリウム精製法	ガリウム	230	700	190	7.64	97	136	39.8 折れない
5			粉末金属精製法	130	ガリウム精製法	ガリウム	230	700	185	7.64	97	136	38.5 折れない
6			混合潤滑剤(4)	130	粉末金属精製法	ガリウム	127 ~ 230 (43)	700	197	7.65	98	136	39.0 折れない
7	b	A 0.25	液体金属精製法	25	液体金属精製法	ガリウム亜鉛	127	700	135	7.69	98	135	40.1 折れない
8			粉基粉末へ混合	1470	液体金属精製法	ガリウム	230	700	1120	7.70	98	139	40.8 折れない
9			粉末金属精製法	130	液体金属精製法	ガリウム	230	700	125	7.72	98	140	41.0 折れない
10		1.0 チルトリ メトキシジ ラン	液体金属精製法	25	液体金属精製法	ガリウム亜鉛	127	700	2400	7.62	97	141	31.8 折れない
11			粉基粉末へ混合(4)	980	粉未金属精製法	ガリウム	230	700	2340	7.68	97	146	30.9 折れない
12			混合潤滑剤(4)	130	粉未金属精製法	ガリウム	230	700	2400	7.64	97	145	31.0 折れない
13			液体金属精製法	25	液体金属精製法	ガリウム亜鉛	127	700	1400	7.67	98	136	31.0 折れない
14			混合潤滑剤(4)	1470	液体金属精製法	ガリウム	127 ~ 230 (43)	700	2450	7.65	98	134	32.0 折れない
15			粉未金属精製法	130	粉未金属精製法	ガリウム	230	700	1570	7.71	98	140	37.0 折れない
16			液体金属精製法	130	粉未金属精製法	ガリウム	230	700	1600	7.69	98	150	26.4 折れない
17			粉未金属精製法	1470	粉未金属精製法	ガリウム	230	800	1450	7.72	98	141	28.9 折れない
18			液体金属精製法	130	液体金属精製法	ガリウム	230	800	1500	7.71	98	141	28.9 折れない
19			粉未金属精製法	1470	粉未金属精製法	ガリウム	230	800	1490	7.72	98	148	30.2 折れない
20		B											

(4) 0.25重量部を「アルミニウム」と同様の手順で混合  
(5) ステアリン酸ナトリウムとステアリン酸ナトリウムが1/2で、ステアリン酸ナトリウムが2/3で混合したもの

【表15】

シリコーン樹脂 種類	含有量*	顔料		合計含有量*	シリコーン 樹脂 / 顔料 R
		アルミナ	タルク		
A SR2410	20	40	40	80	0.25
B SH805	20	40	40	80	0.25

\*) 含有量はシリコーン樹脂 + 顔料の合計に対する値(質量%)

## 【0134】

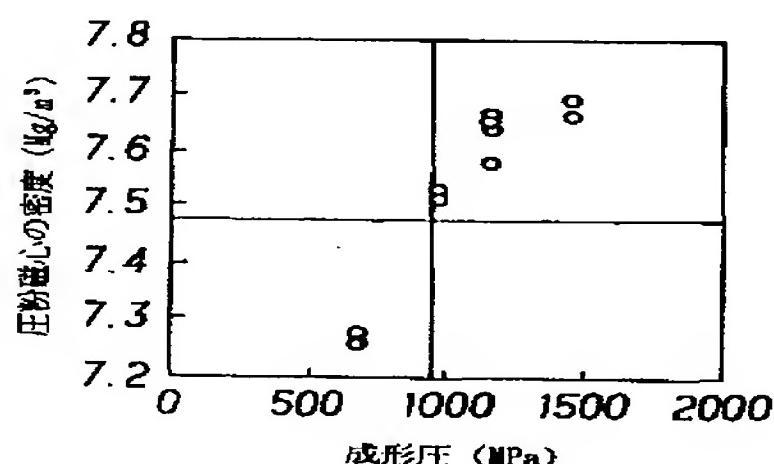
【発明の効果】本発明によれば、ヒステリシス損失を下げるための焼鈍に際し、絶縁が破壊されない耐熱絶縁被膜を有する鉄基粉末、および絶縁性に優れる圧粉磁心を製造することが可能となり、産業上格段の効果を奏する。

## 【図面の簡単な説明】

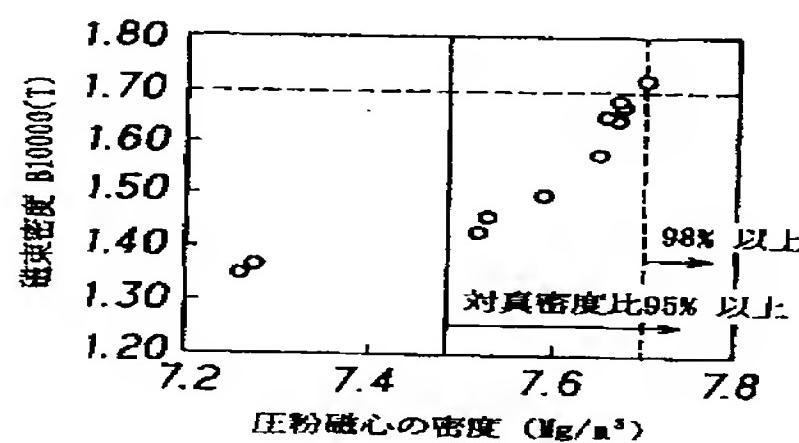
10 【図1】成形圧と圧粉磁心の密度の関係を示す図である。

【図2】圧粉磁心の密度と磁束密度の関係を示す図である。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(31) 優先権主張番号 特願2002-30142 (P2002-30142)  
 (32) 優先日 平成14年2月6日 (2002. 2. 6)  
 (33) 優先権主張国 日本 (J P)

F ターム(参考) 4K018 BA13 BC28 BC30 BD01 GA04  
 KA44  
 5E041 AA11 BC01 BD01 CA01 HB14  
 HB17